www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

PHILIPS TECHNISCH TIJDSCHRIFT

JAARGANG 29, 1968, no. 6

Principe en constructie van de automatische monokristal-diffractometer PAILRED

P. G. Cath en J. Ladell

I. Het principe van de diffractometer
II. De schakelingen voor automatische besturing

Een van de belangrijkste taken van de röntgenkristallografie is het bepalen van kristalstructuren, dat wil zeggen de rangschikking van de atomen in de elementaire cel. De nodige informatie hiervoor leveren de intensiteiten van de röntgenreflexies aan de verschillende roostervlakken. Tegenwoordig bepaalt men vaak structuren waarvoor vele duizenden reflexies moeten worden gemeten. Voor het verwerken van de enorme hoeveelheden gegevens gebruikt men al sinds verscheidene jaren snelle elektronische rekenmachines; voor het verzamelen van de gegevens zelf zijn echter pas sinds kort geautomatiseerde instrumenten (automatische diffractometersystemen) op de markt.

Een dergelijk systeem, aangeduid met het acroniem PAILRED, is door de auteurs ontwikkeld. Het hart van dit systeem is een digitaal bestuurde diffractometer, waarbij het kristal en de detector in de vereiste standen worden gebracht door een speciaal mechanisme, dat we aanduiden als „lineaire geleiding".

Deel I van dit artikel recapituleert de elementaire theorie van de röntgendiffractie en beschrijft de werking van de diffractometer. Deel II behandelt de logicaschakelingen die in het besturingsorgaan zijn toegepast.

I. Het principe van de diffractometer

Inleiding

Er zijn allerlei redenen waarom men kristalstructuren wil bepalen. In de vastestoffysica wil men weten hoe elk ion door zijn buren is omringd; in chemie en biochemie is men geïnteresseerd in de vorm van grote moleculen. Een overzicht van enige gangbare methodes voor het bepalen van kristalstructuren is in dit tijdschrift gegeven door Braun en Van Bommel [1].

Het ontrafelen van een gecompliceerde kristalstructuur vereist de bepaling van een groot aantal parameters uit een nog veel groter aantal reflexie-intensiteiten. Dit is alleen mogelijk met een grote, snelle elektronische rekenmachine. Het aantal te meten reflexies kan variëren van enkele honderden voor een eenvoudige structuur tot verscheidene honderdduizenden in het geval van een eiwitkristal. Reflexie van röntgenstralen aan een monokristal treedt op wanneer dit zich in een geschikte stand ten opzichte van de invallende röntgenbundel bevindt. De vereiste standen

Dr. ir. P. G. Cath en dr. J. Ladell, medewerkers van Philips Laboratories, Briarcliff Manor, N.Y., U.S.A.

[1] P. B. Braun en A. J. van Bommel, Bepaling van kristalstructuren met röntgenstralen, Philips techn. T. **22**, 135-146, 1960.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

van een kristal, en daarmee de richtingen van de gereflecteerde bundel, hangen af van vorm en afmetingen van de elementaire cel en van de golflengte van de röntgenstraling.

Tot voor kort werden de reflexie-intensiteiten meestal bepaald uit fotografisch opgenomen diffractiediagrammen. Het fotografisch opnemen gaat vrij snel, maar een grote nauwkeurigheid is moeilijk te bereiken en er zijn heel wat bewerkingen nodig voor men de gegevens aan de rekenmachine kan toevoeren.

Detecteert men de gereflecteerde straling langs elektronische weg, b.v. met behulp van een scintillatieteller [2], dan is de nauwkeurigheid groter en kan men de gegevens direct in digitale vorm krijgen. Het kristal en de detector moeten nu echter voor iedere reflexie afzonderlijk in de juiste stand worden gebracht. Als dit voor het meten van duizenden reflexies met de hand moet geschieden, dan is dit, zacht uitgedrukt, zeer tijdrovend, en automatisering van deze opneemmethode is dus vrijwel een noodzaak.

De automatische uitvoering van de beschreven taak wordt gerealiseerd met de PAILRED (acroniem voor Philips Automatic-Indexing Linear Reciprocal-space Exploring Diffractometer) [3]. Dit is een monokristal-diffractometer, die, naar gelang van de experimentele parameters, per dag verscheidene honderden reflexies geheel automatisch kan meten. Er zijn speciale voorzieningen aangebracht om het oriënteren van het kristal met zijn hoofdassen in een bepaalde stand ten opzichte van de assen van de diffractometer te vergemakkelijken. Deze instelling, die aan het automatisch meten van alle reflexies voorafgaat, moet namelijk met de hand gebeuren. De volledige apparatuur ziet men in *fig. 1*.

De diffractometer is boven op de röntgengenerator aangebracht, die men op de foto rechts naast het rek met elektronische schakelingen ziet staan. Dit rek bevat twee afdelingen. Geheel links ziet men het gedeelte dat de schakelingen voor de stralingsmeting bevat. Voor het detecteren van de röntgenquanta die door het te onderzoeken kristal gereflecteerd worden is de diffractometer voorzien van een scintillatieteller. De uitgangssignalen van deze detector worden toegevoerd aan een eenkanaals-impulshoogteanalysator; deze elimineert röntgenquanta met een golflengte die sterk verschilt van de golflengte waarbij men de reflexies wil meten. Quanta met een slechts weinig verschillende golflengte zijn al verwijderd door de nog te bespreken kristalmonochromator. Dank zij de combinatie van kristalmonochromator en impulshoogteanalysator is de invloed van achtergrondstraling gering en bereikt men een grote nauwkeurigheid. De quanta die de impulshoogteanalysator doorlaat worden in een elektronische teller geteld. Daarnaast wordt de momentele intensiteit van de gemeten straling op een papierstrook geregistreerd. Hiermee heeft men een doorlopende controle op het juist functioneren bij de automatische meting. Het linker gedeelte van het rek bevat verder de hoogspanningsvoeding voor de scintillatieteller en de stuurschakeling voor een afdrukmachine, die aan het einde van elke intensiteitsmeting de stand van de teller op een andere papierstrook vastlegt. Op het apparaat is verder een bandponser of een soortgelijk digitaal uitvoerorgaan aangesloten (niet op de foto te zien); door middel van de verkregen ponsband voert men de meetresultaten rechtstreeks toe aan een elektronische rekenmachine voor de verdere verwerking.

Het automatische verloop van de handelingen wordt bestuurd vanuit een orgaan dat tevens de bewegingen van de diffractometer doet geschieden. Dit orgaan — een speciaal digitaal rekenmachientje met vast programma — bevindt zich in het rechter gedeelte van de schakelingenkast. Deel II van dit artikel geeft een gedetailleerde beschrijving van de werking van dit orgaan en van de wijze waarop het de bewegingen van de diffractometer bestuurt en deze synchroniseert met de uitvoering van de metingen en het afdrukken van de resultaten. Als voorbereiding voor deze beschrijving bespreken we in het onderhavige deel I het principe waarop de werking van de diffractometer berust, en de verschillende stappen die bij het meten van de intensiteit van röntgenreflexies moeten worden gedaan.

De wet van Bragg en de reciproke ruimte

We moeten beginnen met een korte beschouwing van de wet van Bragg en van het begrip reciproke ruimte [4].

In de wet van Bragg zijn de voorwaarden geformuleerd waaronder een monokristal röntgenstralen kan reflecteren. Een stel roostervlakken op onderlinge afstand d (zie *fig. 2a*) zal een invallende röntgenbundel reflecteren als tussen de hoek Θ, de afstand d en de golflengte λ van de röntgenstraling de betrekking bestaat:

$$\lambda = \frac{2d}{n} \sin \Theta. \quad \ldots\ldots \quad (1)$$

Hierin is n een klein geheel getal, dat de orde van de reflexie aangeeft. Men kan ook $d' = d/n$ als de roostervlakkenafstand van een ander in het kristal aanwezig stel roostervlakken beschouwen; hiervoor luidt dan de wet van Bragg:

$$\lambda = 2d' \sin \Theta. \quad \ldots\ldots \quad (2)$$

De hoek waarover een kristal moet worden gedraaid, en de hoek waaronder de detector moet worden ge-

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

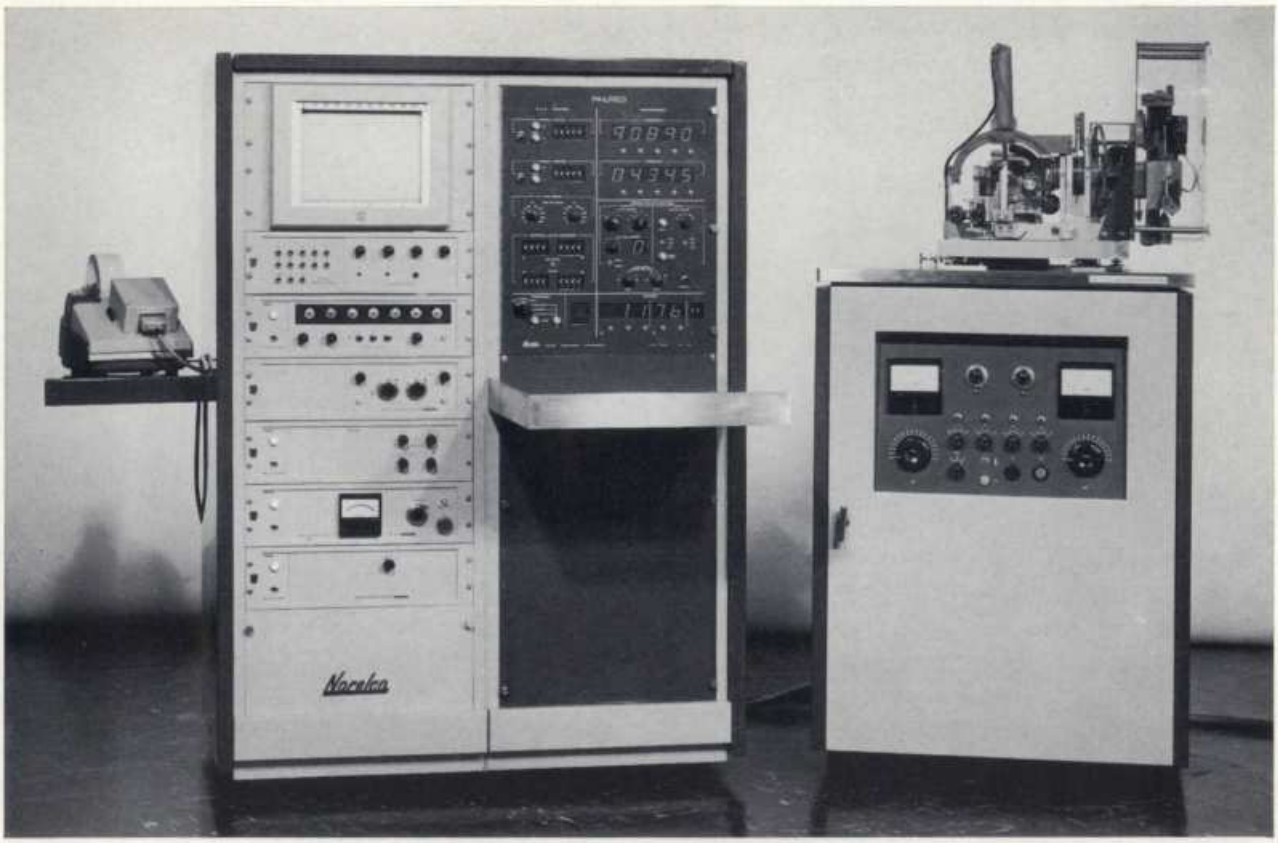


Fig. 1. Het hart van de PAILRED is de diffractometer, die zich bovenop de röntgengenerator (rechts) bevindt. In de kast links op de foto zijn de schakelingen voor de automatische besturing van de bewegingen van de diffractometer ondergebracht en de schakelingen voor het meten en registreren van de röntgenintensiteiten.

plaatst als men de reflexie aan een bepaald stel roostervlakken wil meten, kunnen ook worden beschreven met behulp van het begrip *reciproke ruimte*. Elk stel evenwijdige roostervlakken met onderlinge afstand d' wordt daarbij voorgesteld door een vector loodrecht op deze vlakken en met een lengte $1/d'$. In fig. 2*b* is weergegeven hoe met behulp van deze reciproke vector de reflexievoorwaarde van Bragg wordt uitgedrukt. We tekenen in de reciproke ruimte een bol (in de figuur voorgesteld door een cirkel) met straal $1/\lambda$ en middelpunt C. De invallende röntgenstralenbundel valt samen met ACO. Punt O is de oorsprong; om dit punt draait de reciproke ruimte bij draaiing van het kristal. Aan de reflexievoorwaarde wordt voldaan als het kristal zover wordt gedraaid dat het eindpunt van de reciproke vector OP, die in de beginstand loodrecht op de invallende bundel stond, op de cirkel komt te liggen (P'). De richting van de gereflecteerde bundel wordt, zoals gemakkelijk is na te gaan, gegeven door de vector CP'. Deze constructie noemt men de Ewald-constructie.

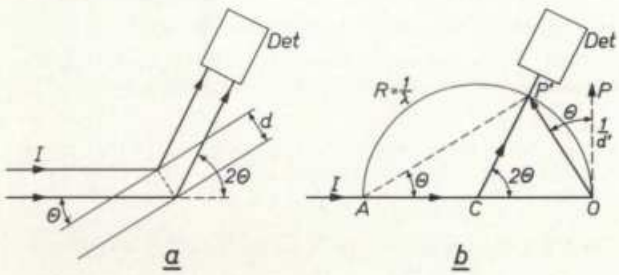


Fig. 2. *a*) De voorwaarden waaronder een stel evenwijdige roostervlakken van een kristal op onderlinge afstand d een invallende röntgenbundel kan reflecteren, zijn geformuleerd in de wet van Bragg. Deze brengt tot uiting dat reflexie optreedt indien het verschil in weglengte tussen de twee getekende stralen gelijk is aan een geheel aantal golflengten van de röntgenstraling. *I* invallende bundel. *Det* detector.
b) De Bragg-voorwaarde kan ook anders worden geformuleerd, door de reciproke vector OP te beschouwen waardoor het stel roostervlakken wordt voorgesteld; deze vector staat loodrecht op de vlakken en heeft een lengte $1/d'$. Een stel roostervlakken reflecteert röntgenstraling als de hoek tussen de vlakken en de invallende bundel zodanig is dat het eindpunt van de bijbehorende reciproke vector op de cirkel met straal $1/\lambda$ ligt.

[2] J. A. W. van der Does de Bye, De scintillatieteller, Philips techn. T. **20**, 209-220, 1958.
[3] Over de PAILRED zijn reeds verschenen de volgende publikaties: J. Ladell en K. Lowitzsch, Automatic single crystal diffractometry, I. The kinematic problem, Acta cryst. **13**, 205-215, 1960; J. Ladell, Evolution of the PAILRED system, Norelco Reporter **12**, 48-56, 1965; J. Ladell en P. G. Cath, A description of the PAILRED system, Norelco Reporter **12**, 63-69, 1965; A. H. Gomes de Mesquita, „PAILRED", een automatische monokristal-diffractometer, Philips techn. T. **27**, 48-49, 1965/66.
[4] Braun en Van Bommel hebben in hun publikatie in dit tijdschrift [1] het reciproke rooster op een algemenere manier ingevoerd, met gebruik van de Fourier-transformatie.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

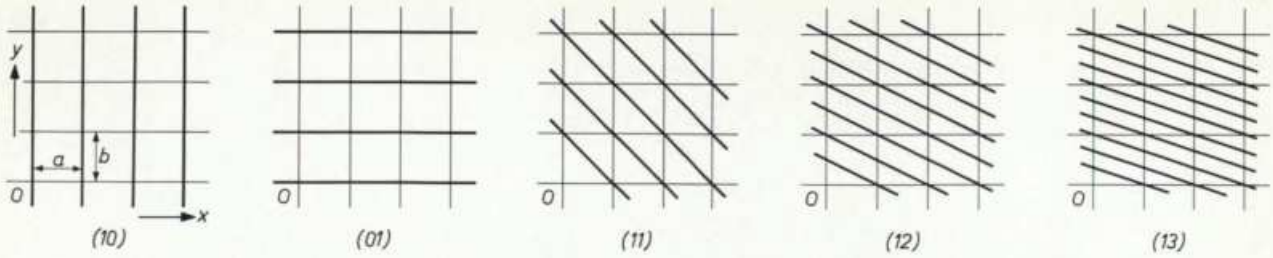


Fig. 3. Een tweedimensionaal kristal wordt voorgesteld als een aaneenschakeling van elementaire cellen met zijden a en b, waarvan er hier negen getekend zijn. Elk stel rooster-„vlakken" in dit periodieke patroon kan worden aangegeven door een stel gehele getallen h en k, de Miller-indices. De figuurtjes tonen vijf verschillende stellen vlakken.

In een kristal heeft men vele stellen roostervlakken, onder verschillende hoeken ten opzichte van elkaar en met verschillende roostervlakkenafstand d'. Het uitzoeken van elk van deze stellen vlakken en de bijbehorende instelling van kristal en detector, zodanig dat aan de Bragg-voorwaarde (verg. 2) is voldaan, vraagt heel wat trigonometrisch rekenwerk. Het begrip reciproke ruimte is een mathematisch hulpmiddel om deze hoekinstellingen op een systematische en eenvoudige manier te vinden. Dit komt doordat de eindpunten van de reciproke vectoren van alle mogelijke stellen roostervlakken zelf een regelmatig driedimensionaal periodiek rooster vormen. Dit kan men als volgt inzien.

We beschouwen als voorbeeld een denkbeeldig tweedimensionaal kristal met een rechthoekige elementaire cel. Hier vervullen lijnen de rol van de eerstgenoemde roostervlakken. Dit tweedimensionale kristal kan worden voorgesteld door een tweedimensionaal periodiek patroon als in *fig. 3*. Het grondelement van dit patroon is de elementaire cel, met afmetingen a en b.

De verschillende stellen „vlakken" in het kristal worden aangegeven door de Miller-indices h,k; h en k zijn gehele getallen. Als de index negatief is, wordt het minteken erboven geplaatst. De „vlakken" (hk) zijn evenwijdig met het vlak dat van de x- en de y-as stukken $x = a/h$ en $y = b/k$ afsnijdt; de roostervlakkenafstand d' is gelijk aan de afstand van de oorsprong tot dit vlak. In fig. 3 zijn de stellen vlakken (10), (01), (11), (12) en (13) afzonderlijk weergegeven.

Hoe de reciproke vector van een willekeurig stel vlakken gevonden wordt, ziet men in *fig. 4*. De vlakken zijn evenwijdig met de hypotenusa van driehoek OQR. De lengte van de zijden OQ en OR bedraagt resp. $x\,(= a/h)$ en $y\,(= b/k)$. Wordt nu een punt P zodanig gekozen dat het de coördinaten $(1/x,\ 1/y)$ heeft, dan is de vector OP de reciproke vector voor het stel vlakken evenwijdig met QR en met roostervlakkenafstand $OD = d'$. Dit is als volgt in te zien.

Is OP de reciproke vector, dan moet hij loodrecht op het vlak QR staan en zijn lengte moet $1/d'$ zijn. Dat OP loodrecht op vlak QR staat, volgt uit:

$$\operatorname{tg}\alpha = \frac{PA}{OA} = \frac{1/y}{1/x} = \frac{x}{y} = \frac{OQ}{OR},$$

en de lengte van OP is:

$$OP = \frac{OA}{\cos\alpha} = \frac{1/x}{OD/OQ} = \frac{1/x}{d'/x} = 1/d'.$$

Derhalve is OP inderdaad de reciproke vector van vlak QR. Algemeen geldt dus dat het eindpunt P van de vector voor een stel roostervlakken met indices (hk) de coördinaten h/a en k/b heeft.

Thans kunnen we voor het tweedimensionale kristal het tweedimensionale rooster construeren dat de eindpunten van alle reciproke vectoren bevat. In dit rooster wordt het stel (hk)-vlakken voorgesteld door het punt $P(hk)$ met de coördinaten h/a en k/b, en de punten voor alle stellen vlakken liggen in een periodiek rechthoekig patroon met herhalingsafstanden $1/a$ en $1/b$. Deze afstanden noemt men de afmetingen van de „reciproke cel", ze worden aangeduid met $a^*\ (= 1/a)$ en $b^*\ (= 1/b)$. Dit „reciproke rooster" is afgebeeld in *fig. 5*. Het reciproke rooster van een driedimensionaal kristal wordt op overeenkomstige wijze geconstrueerd.

De reciproke ruimte is een mathematisch begrip en is daarom moeilijk aanschouwelijk voor te stellen. Belangrijk is echter dat men zich realiseert dat wan-

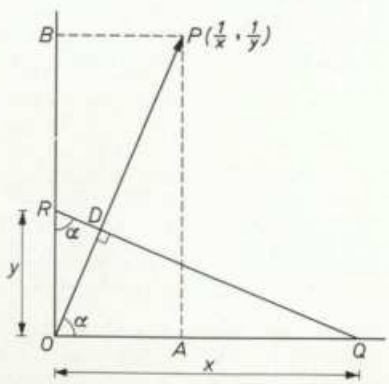


Fig. 4. De vector OP is de reciproke vector van het stel vlakken evenwijdig met de lijn QR, waarvan de onderlinge afstand d' gelijk is aan de afstand OD.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

neer het kristal over b.v. een hoek ω wordt gedraaid, ook het reciproke rooster over dezelfde hoek draait.

Wil men nu de röntgenreflexie aan een kristalvlak (hk) meten, en dus hiervoor de vereiste hoekinstellingen van kristal en detector bepalen, dan kan men de Ewald-constructie uit fig. 2*b* combineren met de voorstelling van de reciproke ruimte, waarin de punten die met de verschillende kristalvlakken corresponderen zijn gerangschikt volgens een periodiek patroon. Hoe dit gebeurt, ziet men in *fig. 6*. Om het vlak $(\bar{3}2)$ te doen reflecteren, moet het eindpunt $P(\bar{3}2)$ van de reciproke vector hiervan op de Ewald-cirkel E met straal $1/\lambda$ worden gebracht. Hiertoe moet het kristal over een hoek ω worden gedraaid en de detector onder een hoek Υ worden opgesteld. Men heeft dan $\Upsilon = 2\Theta$, maar $\omega \neq \Theta$, aangezien de beginstand verschilt van die in fig. 2*b*.

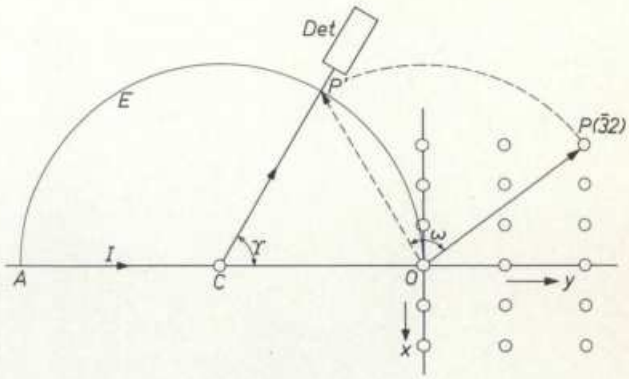


Fig. 6. De Ewald-constructie. Hiermee kan men de hoeken bepalen waaronder het kristal en de detector ten opzichte van de invallende röntgenbundel AC moeten worden geplaatst om het vlak (hk) tot reflexie te brengen. De oorsprong van de reciproke ruimte ligt in punt O, diametraal tegenover punt A. De gereflecteerde bundel is evenwijdig met CP'. E is de Ewald-cirkel.

Het mechanisme van de lineaire geleiding

We noemden reeds het mechanisme van de lineaire geleiding, dat in de PAILRED voor de gelijktijdige hoekinstelling van kristal en detector wordt toegepast [5]. Dit mechanisme, dat schematisch is weergegeven in *fig. 7*, voert de Ewald-constructie uit, zoals men bij vergelijking met fig. 6 ziet. Het bestaat uit een x,y-assenkruis dat om zijn oorsprong O kan draaien. Het kristal is mechanisch met deze draaiing gekoppeld, zodat het de ω-beweging van het assenkruis volgt. Door middel van twee schroefassen kan de moer P naar de gewenste x,y-coördinaten in de reciproke ruimte worden gebracht. De draaiing van het assenkruis wordt teweeggebracht doordat de verbindingsstang CP de beweging van P beperkt tot het volgen van de omtrek van de Ewald-cirkel E. De stang CP drijft op zijn beurt een as aan die zorgdraagt voor de hoekinstelling Υ van de detector.

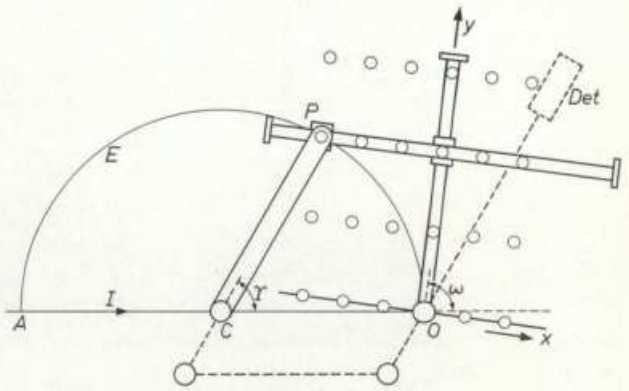


Fig. 7. De Ewald-constructie kan worden uitgevoerd met behulp van een mechanische constructie in de vorm van een x,y-assenkruis. De moer P kan schuiven langs de x-as, die op zijn beurt kan verschuiven in de y-richting. Deze moer kan met behulp van motoren en schroefassen naar het punt met de gewenste x- en y-coördinaten in het reciproke x,y-vlak worden gebracht. Komt OP overeen met de reciproke vector van een gegeven roostervlak (hk), dan bevindt dit vlak zich in de reflexiestand.

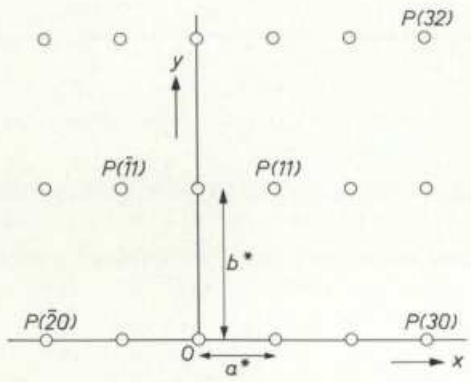


Fig. 5. De eindpunten van de reciproke vectoren $P(hk)$ vormen een regelmatig periodiek patroon in de zg. reciproke ruimte. Evenals in het geval van de werkelijke ruimte (fig. 3) heeft dit patroon, het „reciproke rooster", een elementaire cel, die de reciproke cel wordt genoemd. De zijden a^* en b^* van de reciproke cel geven resp. de richting van de x- en de y-as van de reciproke ruimte. ($\bar{2}$ betekent -2.)

Om het lineaire geleidingsmechanisme goed te kunnen gebruiken, moet men ervoor zorgen dat de reciproke assen van het kristal evenwijdig staan aan de x- en y-richting van het assenkruis op de diffractometer. Dit doet men door het kristal met de hand de juiste oriëntering te geven. In onze verdere beschouwingen zullen wij steeds stilzwijgend aannemen dat het kristal aldus georiënteerd is.

Fig. 8 is een foto van het mechanisme. De moer P kan glijden langs de x-as, die zelf in zijn geheel langs de y-as op en neer beweegt. Ter bevordering van de nauwkeurigheid is het geleidingsmechanisme in alle standen gebalanceerd door een contra-gewicht CW. Dit is tweemaal zo zwaar als de x-as-constructie en wordt tegengesteld hieraan en met de halve snelheid

[5] Hetzelfde principe is toegepast door U. W. Arndt en D. C. Phillips, The linear diffractometer, Acta cryst. **14**, 807-818, 1961.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

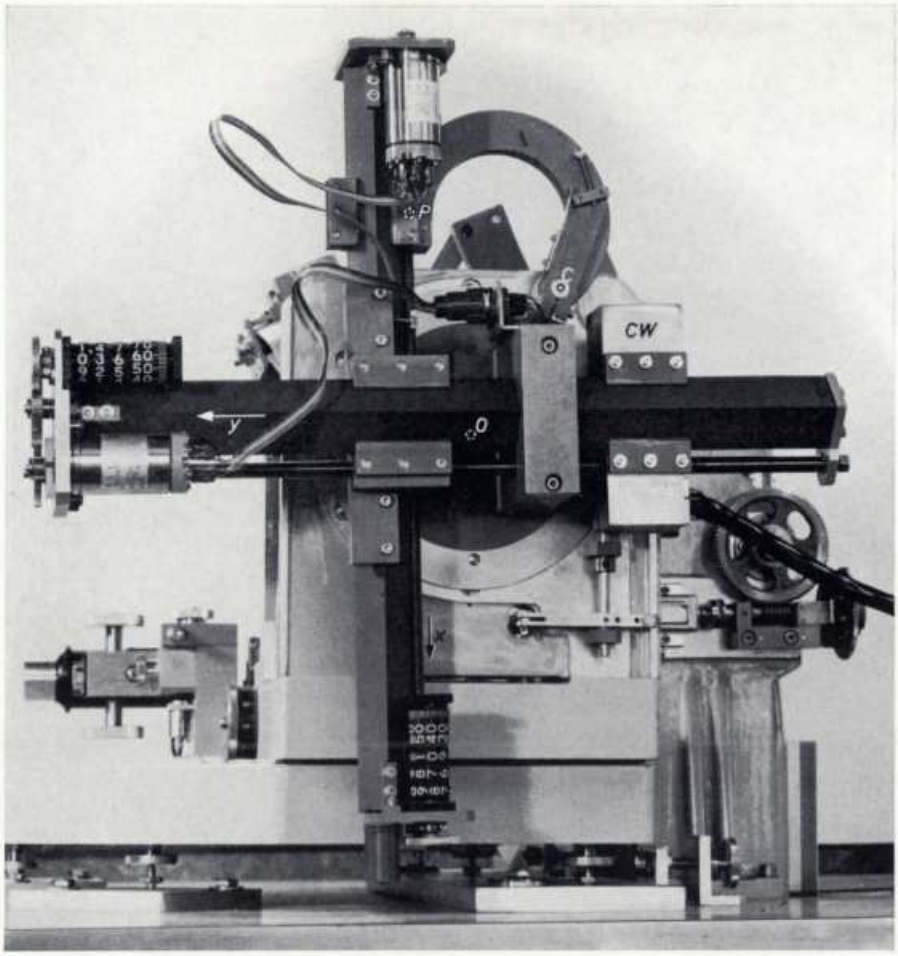


Fig. 8. Het lineaire geleidingsmechanisme, dat op de diffractometer is aangebracht. De mechanisch gerealiseerde Ewald-constructie is hier ten opzichte van fig. 6 en 7 verschoven en gedraaid. *CW* contragewicht. *O* oorsprong. *CP* verbindingsstang.

langs de *y*-as verschoven. De stang *CP* is gebogen om niet met andere onderdelen in conflict te komen.

Tussen de Ewald-constructie volgens fig. 7 en de in fig. 8 weergegeven werkelijke situatie bestaan twee belangrijke verschillen. Aangezien de reciproke ruimte slechts een mathematische voorstelling is, mag men deze ten opzichte van de invallende bundel verplaatsen en draaien. Van belang is alleen dat de hoeken die door de Ewald-constructie gevonden worden nauwkeurig in de diffractometer worden gerealiseerd. Daarom doet het er niets toe dat de lijnen *CO* en *CP* 60° zijn gedraaid ten opzichte van de invallende bundel en de stand van de detector. Verder zij erop gewezen dat de figuren 7 en 8 het lineaire geleidingsmechanisme uit tegengestelde richtingen laten zien: in fig. 7 bevindt de röntgenbuis zich links, in fig. 8 rechts.

De schroefassen die met de *x*- en de *y*-coördinaat overeenkomen worden aangedreven door stappenmotoren. Door het aantal stappen elektronisch te tellen, houdt het centrale besturingsorgaan de coördinaten *x* en *y* bij. Dank zij het beschreven geleidingsmechanisme is het bepalen van een hoekinstelling van kristal en detector teruggebracht tot het bepalen van de coördinaten van de gewenste reflexie in het reciproke vlak, waarin de reflexies volgens een periodiek patroon zijn gerangschikt. Doordat de stang *CP* een vaste lengte heeft, ligt de straal van de Ewald-cirkel op de difffractometer ook vast. Dientengevolge moeten de in rekening te brengen waarden voor de afmetingen van de reciproke cel in het *x*,*y*-coördinatensysteem worden aangepast aan de golflengte van de invallende röntgenstraling. De herhalingsafstanden in het *x*,*y*-vlak zijn dus niet a^* en b^*, doch $a^*\lambda$ en $b^*\lambda$. Deze genormeerde afmetingen van de reciproke cel zullen we resp. *A* en *B* noemen.

De genormeerde grootheden *A* en *B* zijn uitgedrukt in reciproke-roostereenheden (r.l.u., reciprocal lattice units). De straal van de Ewald-cirkel is per definitie gelijk aan één dergelijke eenheid. De discrete stapjes waarin de afstand *A* op de diffractometer wordt verdeeld door het gebruik van stappenmotoren voor de lineaire geleiding komen ieder overeen met 10^{-4} reciproke-roostereenheden. We zullen bij het bespreken van de besturing *A* en *B* uitdrukken in deze stappen. De constanten worden dan 10 000 maal zo groot.

Zijn de afmetingen *A* en *B* van de reciproke cel eenmaal bepaald, dan kan ieder gewenst roostervlak (*hk*)

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

tot reflexie gebracht worden door het geleidingsmechanisme op de juiste x,y-coördinaten in te stellen. Een voorbeeld: in het geval van een orthogonaal rooster kan de reflexie van het (32)-vlak worden gedetecteerd als het assenkruis op de diffractometer zo is ingesteld dat $x = 3A$ en $y = 2B$. Bij deze methode hoeft men dus voor het meten van een bepaalde reflexie geen omslachtige hoekberekeningen uit te voeren. Dit maakt de automatisering van het meetproces en de bediening met de hand betrekkelijk eenvoudig. Men ziet nu ook waarom het instrument een „linear reciprocal-space exploring diffractometer" wordt genoemd.

Voor het werken met het *drie*-dimensionale reciproke rooster van een echt kristal dient de equi-inclinatietechniek, die verderop zal worden behandeld.

Automatisering van het meetproces

Om de structuur van een kristal te kunnen bepalen, moet de kristallograaf de reflexie-intensiteit van een groot aantal roostervlakken meten. De PAILRED doet dit automatisch. Eén voor één worden de verschillende vlakken tot reflexie gebracht, door van de ene reflexiestand in het x,y-coördinatenstelsel over te gaan naar de volgende. In elk van deze standen blijft het assenkruis een tijdlang staan en wordt, terwijl de detector stilstaat, het kristal over een kleine hoek gedraaid om de intensiteit als functie van de hoek te meten (het intensiteitsprofiel af te tasten). Dit deel van de meting wordt in het volgende hoofdstuk beschreven. Wij bespreken nu eerst de wijze waarop het assenkruis van de ene reflexiestand naar de volgende wordt gebracht.

In *fig. 9* is een orthogonaal reciprook rooster als in fig. 5 weergegeven. In fig. 6 en 7 hebben wij gezien

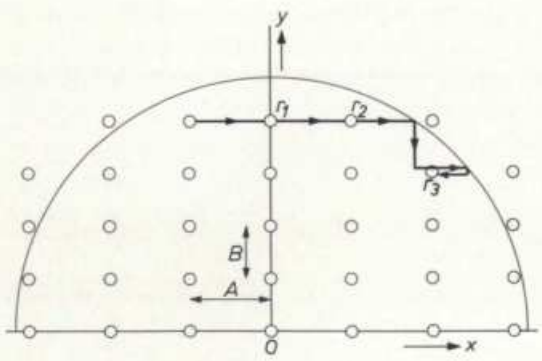


Fig. 9. Tijdens het automatische meetproces wordt de moer van het lineaire geleidingsmechanisme (P in fig. 7) van de ene reflexiestand naar de volgende verplaatst. De reflexies die men na elkaar tegenkomt als men in de reciproke ruimte in een richting evenwijdig met de x-as voortgaat worden achtereenvolgens gemeten. Zijn alle reflexies op een lijn gemeten, dan komen die op de daaronder liggende lijn één voor één aan de beurt, enz. De halve cirkel beantwoordt aan de begrenzing door de maximale detectorhoek.

dat de hoekstand Y van de detector wordt bepaald door de lengte van de reciproke vector OP. Deze hoek mag een bepaalde maximumwaarde niet overschrijden, omdat anders sommige mechanische onderdelen elkaar gaan hinderen.

Er is ook een theoretische beperking. Is de vector OP groter dan de middellijn van de Ewald-cirkel (zie fig. 6), dan is het niet mogelijk het kristal zo te draaien dat punt P op deze cirkel komt te liggen. Met andere woorden, de grootst mogelijke detectorhoek Y is 180°. Bij het uitgevoerde PAILRED apparaat moet Y beneden 150° blijven. Dit komt erop neer dat de grootste reciproke vector waarbij nog gemeten kan worden een lengte van ongeveer 1,9 reciproke-roostereenheden heeft.

Uit het bovenstaande volgt dat het bereikbare deel van het reciproke vlak wordt begrensd door een cirkel. In het kader van de automatisering wordt het bereiken van deze grens geconstateerd door een schakelaar op de as waarom de detector draait, de schakelaar „counter high". Om mechanische redenen is het voorts onmogelijk bij negatieve waarden van y te meten. Het bereiken van deze grens wordt geconstateerd door middel van een schakelaar op het assenkruis (fig. 8, de schakelaar „y low"). Het bereikbare deel van het reciproke vlak ligt dus binnen een halve cirkel. Soms moeten ook de reflexies in de andere helft van het reciproke vlak gemeten worden. Dit kan geschieden nadat het kristal 180° ten opzichte van het assenkruis is gedraaid.

Bij het geautomatiseerde meetproces komen de reflexies voor meting aan de beurt in de volgorde waarin zij langs lijnen evenwijdig met de x-as voorkomen. Zijn alle reflexies op één lijn gemeten, dan wordt de daaronder liggende lijn afgetast. De regelmatige verdeling van de reflexieposities in de reciproke ruimte maakt de automatisering van het proces relatief eenvoudig.

Om na het meten van de reflexie r_1 (fig. 9) over te gaan naar de volgende, r_2 (gerekend in de x-richting), voert het besturingsorgaan aan de motor die de x-beweging teweegbrengt een aantal stapimpulsen toe; dit aantal is $A = 10^4\, a^*\lambda$. Deze impulsen worden elektronisch geteld; na A impulsen wordt de teller op nul teruggezet en kan de nu ingestelde reflexie r_2 worden gemeten.

Wordt het einde van de lijn bereikt, dan treedt de schakelaar die met de rand van de halve cirkel correspondeert in werking. De x-beweging wordt daardoor gestaakt, maar de x-stappenteller blijft staan, d.w.z. hij onthoudt het aantal stappen dat na de laatste reflexie in de x-richting is gedaan. Nu wordt een aantal stappen $B = 10^4\, b^*\lambda$ in de negatieve y-richting afgelegd, waarbij een tweede stappenteller wordt gebruikt. Is deze y-beweging voltooid, dan wordt de x-beweging in dezelfde richting als tevoren voortgezet totdat de

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

x-stappenteller constateert dat het totale aantal van A stappen is bereikt. Deze teller wordt teruggezet, en zonder dat de reflexie ter plaatse is gemeten, blijft de x-beweging doorgaan, totdat langs deze lijn opnieuw de halve cirkel wordt bereikt. Op dat moment wordt de richting van de x-motor en de telrichting van de x-stappenteller omgekeerd en de beweging gaat terug totdat de stappenteller op nul is aangekomen. Aldus heeft men de reflexiestand (r_3) bereikt die op de nieuwe lijn het dichtst bij de halve cirkel is gelegen. Vanaf r_3 teruggaande, worden nu achtereenvolgens alle reflexies op deze lijn gemeten.

Aangezien niet alle kristallen een rechthoekige elementaire cel hebben, moeten voorzieningen aanwezig zijn voor kristallen met een scheef reciprook rooster. Zulk een rooster ziet men in *fig. 10*. De y-as ligt nu niet langs een rij punten van het reciproke rooster. Door invoering van twee nieuwe grootheden C en D die voldoen aan $C + D = A$, wordt het scheve rooster ondubbelzinnig beschreven. De automatische beweging langs de x-as van de ene reflexiestand naar de volgende gaat nu op dezelfde wijze als bij een rechthoekig rooster. Gaat men echter door een y-verplaatsing over naar de eerstvolgende lager gelegen lijn, dan zijn hierop de reflexiestanden over een afstand C of D in de x-richting verschoven. Deze constanten moeten nu ook worden gebruikt om de buitenste reflexie te vinden.

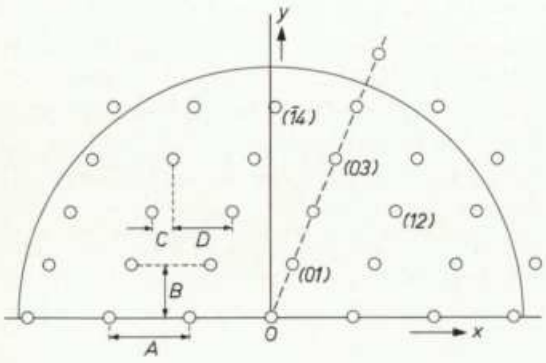


Fig. 10. De reciproke cel in een scheef rooster kan worden gedefinieerd door de parameters A, B, C en D, waarbij $C + D = A$. Voor een rechthoekig rooster zijn alleen de parameters A en B nodig.

Bij het geleidingsmechanisme doet zich een moeilijkheid voor wanneer punt P de oorsprong O van het x,y-vlak nadert. Laten we P met O samenvallen, dan zal, zoals in fig. 7 is te zien, het mechanische x,y-assenkruis vrij om de ω-as kunnen draaien. Als de afstand OP erg klein wordt, zijn ontoelaatbaar grote krachten op het geleidingsmechanisme nodig om een draaiing om de ω-as teweeg te brengen. De diffractometer is derhalve voorzien van een beveiligingsinrichting, die voorkomt dat de afstand OP te klein wordt. Dit betekent dat de hoek Y van de detector niet beneden een bepaalde minimumwaarde mag komen, die voor de PAILRED 4-6° bedraagt. Speciale schakelingen zorgen ervoor dat bij het geautomatiseerde meetproces een beweging op veilige afstand rond de oorsprong plaatsvindt.

Omdat de volgorde waarin de lijnen worden doorlopen zo is dat y steeds afneemt, begint het automatische meetproces bij de maximale waarde van y. Het eindigt als y negatief wordt.

Hogere etages en de equi-inclinatiemethode

Er is reeds op gewezen dat een driedimensionaal kristal een driedimensionaal reciprook rooster heeft. Dit vormt een periodiek patroon, dat ontstaat door op elkaar stapelen van identieke tweedimensionale patronen. Tot nu toe hebben we van dit driedimensionale patroon uitsluitend het vlak beschouwd waarin de oorsprong van de reciproke ruimte was gelegen. Dit vlak noemen we de nulde etage of het equatorvlak; de andere vlakken van de stapeling zijn de hogere etages.

De Ewald-constructie gaat voor het driedimensionale kristal in principe evenzo in zijn werk als hierboven, behalve dat de cirkel vervangen wordt door de Ewald-*bol*. De oorsprong van de driedimensionale reciproke ruimte ligt in het punt O waar de invallende bundel uit de bol treedt. Aan de Miller-indices wordt een derde index l toegevoegd. Om een roostervlak (hkl) tot reflexie te brengen, moet zijn reciproke punt op de Ewald-bol komen te liggen en moet de detector gericht zijn van dit punt naar het middelpunt van de bol.

De ligging van de hogere etages van het kristal is in *fig. 11a* aangegeven. De cirkel stelt de Ewald-bol voor, en de Ewald-constructie van fig. 6 wordt uitgevoerd in een vlak loodrecht op het vlak van tekening. De lijn AO is de projectie van het vlak waarin de constructie plaatsvindt. Bij draaien om de ω-as zullen de eindpunten van de reciproke vectoren van de ($hk0$)-vlakken, die alle tot het equatorvlak behoren, achtereenvolgens in dit vlak op de Ewald-bol komen te liggen.

In fig. 11*a* zijn ook weergegeven de reciproke vlakken ($hk1$) en ($hk2$), die evenwijdig zijn met het ($hk0$)-vlak en loodrecht staan op het vlak van tekening. Punt B is de oorsprong van de eerste etage, waarin de reciproke punten $hk1$ liggen. In rechthoekige roosters is OB de reciproke vector van het (001)-vlak; in scheve roosters zijn alle punten van de eerste etage over een zelfde afstand verplaatst ten opzichte van de punten in het equatorvlak, die van de tweede etage over twee keer deze afstand, enz.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

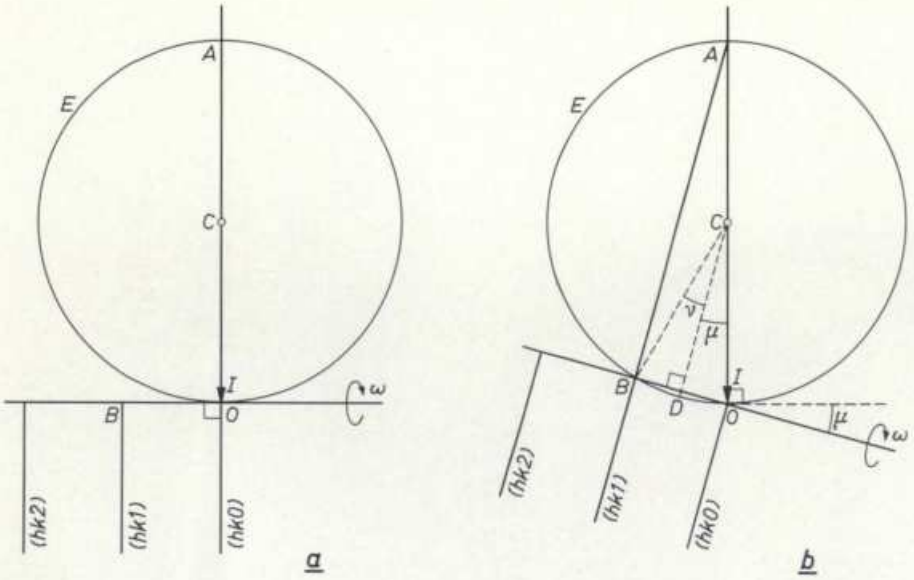


Fig. 11. De situatie voor een driedimensionaal reciprook rooster. *a*) Bovenaanzicht van de Ewald-constructie, dat de stand van de diffractometer toont voor het meten van de nulde etage. De cirkel met diameter AO van fig. 6 is de doorsnijding van de Ewald-bol met een vlak loodrecht op het vlak van tekening. Alle reciproke vectoren $hk0$ liggen eveneens in dit vlak, en door draaiing om de ω-as OB kunnen hun eindpunten op de Ewald-bol worden gebracht. I invallende bundel.
b) De geometrie van de equi-inclinatiemethode. Voor het meten van de eerste etage geeft men het kristal (en dus ook zijn reciproke rooster) een inclinatie μ zodanig dat het eindpunt B van de vector OB op de Ewald-bol E komt te liggen. B is het draaipunt voor de eerste etage. De detector wordt eveneens over een hoek $\nu = \mu$ verplaatst, en de Ewald-constructie van fig. 6 wordt weer uitgevoerd in een vlak loodrecht op het vlak van tekening, maar de middellijn van de Ewald-cirkel is nu AB en de reciproke-roostervectoren OP worden vervangen door hun projecties op dit vlak. De oorsprong O van de reciproke ruimte ligt steeds diametraal tegenover punt A.

Voor het instellen van reflexies van hogere etages is de equi-inclinatiemethode het meest geschikt. Voor de automatische meting met de PAILRED is dan ook deze methode gekozen. Wil men b.v. de vlakken ($hk1$) tot reflexie brengen, dan wordt het beweegbare deel van de diffractometer met de ω-as OB gedraaid over een hoek μ (de inclinatiehoek), zodat punt B op de Ewald-bol komt te liggen. Deze draaiing leidt tot de in fig. 11*b* weergegeven situatie. Wordt vervolgens het kristal om de ω-as gedraaid, dan komen achtereenvolgens de reciproke punten in het ($hk1$)-vlak op de Ewald-bol te liggen, en wel op een cirkel loodrecht op het vlak van tekening met middellijn AB. Dit wordt nu de cirkel van de in fig. 6 getekende Ewald-constructie. Het middelpunt van de cirkel is de projectie van het middelpunt van de Ewald-bol op vlak AB, en de Ewald-constructie wordt in dit vlak uitgevoerd. Er zij nog op gewezen dat de straal van de cirkel met middellijn AB gelijk is aan $(\cos \mu)/\lambda$ (de straal van de Ewald-bol is immers $1/\lambda$). Aangezien de straal van de Ewald-cirkel op de goniometer mechanisch vastligt, zijn de herhalingsafstanden in het x,y-coördinatensysteem nu niet meer $a^*\lambda$ en $b^*\lambda$, maar $A = a^*\lambda/\cos \mu$ en $B = b^*\lambda/\cos \mu$.

Wat de plaatsing van de detector betreft, deze moet de snijlijn van het ($hk1$)-vlak met de bol volgen en daarbij steeds naar het middelpunt van de bol worden gericht. In de beginstand van de diffractometer (met $\mu = 0$, fig. 11*a*) volgt de detector een cirkel loodrecht op de ω-as van de diffractometer. Krijgt de diffractometer een inclinatie μ, dan wordt dit de cirkel met straal CD. Om de detector de juiste stand te geven voor het meten van de ($hk1$)-reflexies, moet hij eveneens een inclinatie $\nu = \mu$ krijgen. De hartlijn van de detector beschrijft dan een kegel, waarvan de top zich in het middelpunt (C) van de Ewald-bol bevindt en die deze bol snijdt volgens een cirkel met een middellijn AB, loodrecht op het vlak van tekening. De naam equi-inclinatiemethode duidt op het feit dat $\nu = \mu$.

In *fig. 12* is de diffractometer in een equi-inclinatiestand weergegeven. De beweegbare grondplaat, waarop de diffractometer is gemonteerd, is om de verticale μ-as naar voren gedraaid ten opzichte van de vaste onderplaat van het instrument. De detector is over dezelfde hoek langs de goniometerboog verplaatst. Het te onderzoeken kristal wordt geplaatst in het middelpunt van het instrument (snijpunt van de μ-as en de ω-as in fig. 12) op een zg. wieg van Euler, die de nodige rotatie-vrijheidsgraden verschaft om de assen van het kristal evenwijdig te kunnen maken aan de assen van het instrument. Deze instelling is nodig om het reciproke rooster in de juiste stand voor de equi-inclinatiemethode te brengen.

Er bestaan ook andere methodes voor het meten van reflexies op hogere etages, zoals b.v. de zg. methode met loodrechte bundel, waarbij men alleen ν varieert, terwijl μ gelijk aan nul wordt gehouden. Wij hebben voor de PAILRED de voorkeur gegeven aan de equi-inclinatiemethode, omdat hierbij een groter deel van de reciproke ruimte afgetast kan worden zonder het kristal opnieuw te moeten instellen.

Omega-draaiing

Voor het draaien van het kristal om de ω-as, ten

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

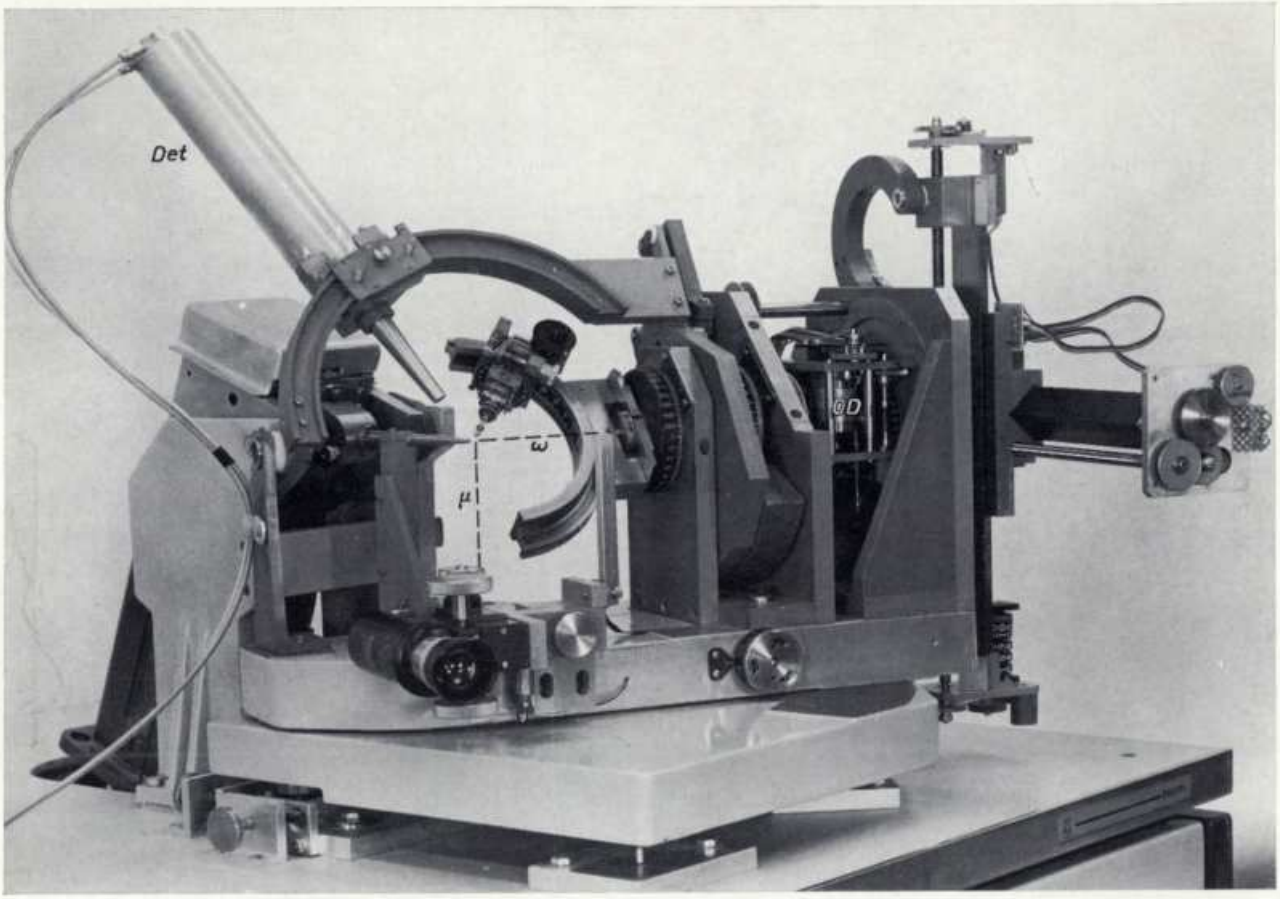


Fig. 12. De diffractometer in de equi-inclinatiepositie. De grondplaat waarop de diffractometer is gemonteerd heeft hier een inclinatie μ ten opzichte van de vaste onderplaat. De detector *Det* is over een hoek ν ($= \mu$) langs de goniometerboog verplaatst. *OD* ω-aandrijving.

opzichte van het assenkruis, is er een afzonderlijke aandrijving. Ook voor deze ω-aandrijving is een stappenmotor gebruikt, zodat de draaihoek kan worden bepaald door het elektronisch tellen van motorimpulsen. De snelheid van de draaiing kan worden gevarieerd door keuze van de frequentie van de motorimpulsen. De ω-aandrijving bevindt zich tussen het assenkruis en het kristal, zie fig. 12.

Wat er bij deze draaiing gebeurt, kan worden toegelicht aan de hand van fig. 6. Staat het assenkruis stil, dan staat ook de detector stil in punt P'. Door zijn eindige openingshoek ziet de detector een klein gebiedje van het oppervlak van de Ewald-bol rondom P'. Bij draaiing van het kristal om de ω-as draait het reciproke rooster ten opzichte van het assenkruis en de Ewald-bol. Een reflexie wordt waargenomen wanneer een reciprook punt het oppervlak van de Ewald-bol passeert binnen het gebiedje dat de detector „ziet". Andersom kan men ook zeggen dat dit gebiedje van de Ewald-bol een driedimensionaal deel van de reciproke ruimte aftast. De te meten reflexie dient in het midden van dit gebiedje te liggen. Heeft men een volmaakt kristal en is de invallende bundel evenwijdig en volkomen monochromatisch (d.w.z. bevat hij slechts straling met één enkele golflengte λ), dan is er maar een heel klein ω-gebied waarin een gegeven stel roostervlakken de röntgenbundel kan reflecteren. Deze ideale situatie komt echter in de praktijk nooit voor. De invallende bundel bevat altijd, zelfs wanneer een kristalmonochromator wordt toegepast zoals in de PAILRED, straling in een zeker gebiedje van golflengte rondom λ. Ook zijn de te onderzoeken kristallen nooit werkelijk volmaakt. Deze en andere onvolmaaktheden komen tot uiting in een uitsmering van de punten van het reciproke rooster. Derhalve is een kleine ω-draaiing, de ω-aftasting, vereist om het gehele „punt" de bol te doen passeren. Als resultaat van de meting krijgt men dan een diagram van de stralingsintensiteit als functie van ω.

In *fig. 13* is een voorbeeld van een dergelijk diagram weergegeven. In het equatorvlak zal de breedte van de piek, afhankelijk van de volmaaktheid van het kristal, variëren van 0,02 tot 0,2° of meer. Bij het automatische meetproces wordt door de ω-aftasting ook in de omgeving van elke reflexie gemeten, waarbij de hoekafstand tussen Q en R gewoonlijk omstreeks 1 tot 2° is. Op hogere etages en vooral bij grote inclinatie en lage waarden van Y kunnen de pieken zo breed worden

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

dat men een groter gebiedje moet aftasten. Alle bij de aftasting ontvangen quanta worden geteld. Het totale aantal is evenredig met de oppervlakte van de diffractiepiek. Deze „geïntegreerde intensiteit" wordt gebruikt als maat voor het reflecterend vermogen van het desbetreffende stel roostervlakken in het kristal [6].

Ter verhoging van de nauwkeurigheid wordt bij de meting van de geïntegreerde intensiteit gewoonlijk een correctie toegepast voor de achtergrond. Aangenomen wordt dat de intensiteit aan de grenzen Q en R van het afgetaste gebied alleen aan de achtergrond te wijten is, d.w.z. aan röntgenstraling die op andere wijze verstrooid is dan door het ingestelde stel roostervlakken. In Q en R wordt, terwijl het kristal stilstaat, de achtergrond gemeten (door telling van de quanta gedurende een vaste tijd); bij het verwerken van de metingen wordt dan de oppervlakte onder de streeplijn in fig. 13 afgetrokken van de totale gemeten oppervlakte. De oppervlakte boven de streeplijn is de aldus gecorrigeerde geïntegreerde intensiteit.

De gang van zaken bij het geautomatiseerde meetproces kan nu als volgt worden samengevat. Nadat het lineaire geleidingsmechanisme de x- en de y-coördinaten op een reflexiestand heeft ingesteld, blijft het assenkruis stilstaan terwijl een ω-aftasting wordt uitgevoerd. De ω-aftasting omvat de volgende operaties:

a) De machine-indices H, K en L van het ingestelde roostervlak worden afgedrukt; deze indices kunnen gemakkelijk worden omgerekend in de Miller-indices h, k en l. In een bepaalde situatie zijn de twee stellen indices identiek, nl. als de c-as evenwijdig met de ω-as en de a^*-as evenwijdig met de x-as is, en als bovendien de b^*-as hetzij evenwijdig is met de y-as, hetzij in het positieve kwadrant van het x,y-vlak ligt.

b) De ω-aandrijving brengt een draaiing van het kristal vanuit de middelste stand P naar een van de eindstanden (b.v. Q) teweeg, en bij de bereikte ω-stand wordt gedurende een vaste periode de achtergrond gemeten. De uitkomst van deze meting wordt afgedrukt.

c) Er wordt met constante snelheid een ω-aftasting van Q tot R uitgevoerd. Tijdens deze aftasting worden de ontvangen quanta doorlopend geteld en het eindresultaat, de geïntegreerde intensiteit, wordt afgedrukt.

d) In stand R wordt wederom een achtergrondmeting uitgevoerd en het resultaat wordt afgedrukt.

e) De ω-aandrijving brengt het kristal naar het midden, stand P, van zijn hoektraject terug, waarna het lineaire geleidingsmechanisme een x-beweging (of x- en y-beweging) voor het instellen van de volgende reflexie uitvoert.

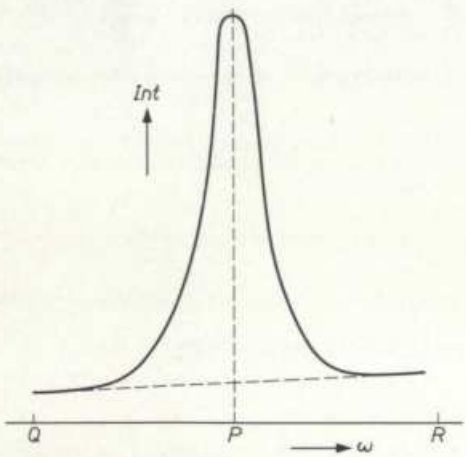


Fig. 13. Bij draaiing van het kristal over een kleine hoek om de ω-as (van Q naar R), vertoont de intensiteit *Int* van de gereflecteerde röntgenbundel een piek in het punt P dat beantwoordt aan de ω-stand die met de Ewald-constructie is bepaald (fig. 6). De integraal van het reflexieprofiel, na aftrek van de achtergrondstraling, noemt men de geïntegreerde intensiteit.

De monochromator

Geheel monochromatische röntgenbronnen van voldoende intensiteit zijn niet beschikbaar. Elke röntgenbuis geeft een spectrum dat bestaat uit een aantal smalle lijnen en een gewoonlijk veel zwakker continuüm. Voor diffractometrie wordt een van de sterke lijnen gebruikt, meestal de Kα-lijn van koper of molybdeen (in werkelijkheid is dit een doublet). De aanwezigheid van straling met afwijkende golflengte veroorzaakt niet alleen een sterke achtergrond, maar kan ook aanleiding geven tot andere fouten. Door middel van een geschikt filter kan men de ongewenste lijnen en een deel van het continuüm elimineren, maar zelfs dan krijgt men nog reflexiepieken met zeer lange uitlopers. Deze verbreding kan de meting van naburige reflexies ernstig storen.

Het meest doeltreffende hulpmiddel om het golflengtegebied van de invallende bundel te beperken is de kristalmonochromator, die dan ook in de PAILRED wordt toegepast. Zijn werking berust erop dat de röntgenstraling die door een monokristal wordt gereflecteerd moet voldoen aan de formule van Bragg (verg. 1). Men plaatst nu bij de röntgenbuis een monochromatorkristal zodanig dat straling van de gekozen spectraallijn naar het te onderzoeken kristal wordt gereflecteerd. Aangezien noch het focus van de röntgenbuis noch het te onderzoeken kristal oneindig klein is, wordt er toch een spectraal gebiedje van eindige breedte doorgelaten, b.v. ter breedte $\Delta\lambda/\lambda = 0{,}02$.

In *fig. 14* is de opstelling met monochromator schematisch voorgesteld. Een plaatje dat evenwijdig aan

[6] De moeilijkheden bij het definiëren van de geïntegreerde intensiteit indien een kristalmonochromator wordt toegepast zijn besproken in: J. Ladell en N. Spielberg, Theory of the measurement of integrated intensities obtained with single-crystal counter diffractometers, Acta cryst. **21**, 103-118, 1966.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

een sterk reflecterend vlak uit een kristal is gezaagd, wordt op zodanige wijze op het omhulsel van de röntgenbuis gemonteerd dat het gedraaid kan worden om de as C (die loodrecht op het vlak van tekening staat) en dus ten opzichte van de bundel die uit de röntgenbuis komt. Wordt het kristalplaatje onder de juiste hoek Θ geplaatst, dan zal het straling van de gekozen golflengte reflecteren. Daarna worden de röntgenbuis en het kristal gezamenlijk om dezelfde as C gedraaid, ten einde de gereflecteerde, monochromatische, bundel I in het horizontale vlak te brengen, zodat hij op het te onderzoeken kristal valt, dat in het middelpunt van de diffractometer is aangebracht.

In *fig. 15* ziet men een foto van de opstelling van de röntgenbuis met monochromator.

Bij toepassing van een kristalmonochromator worden bijzondere eisen gesteld aan de mechanische stabiliteit van de diffractometer en aan de vorm van het te onderzoeken kristal. We nemen even aan dat we slechts met een enkele lijn van het spectrum te maken hebben. Door de reflexie van een op zichzelf reeds monochromatische bundel aan een volkomen vlak monochromatorkristal, krijgt men een gereflecteerde bundel die ter plaatse van het te onderzoeken kristal uiterst smal is in verticale richting. Dit blijkt uit fig. 14 wanneer men hierin lijnen evenwijdig met de centrale straal tekent. De breedte van de bundel is gelijk aan de focuslengte maal de sinus van de uittreehoek, d.i. de hoek waaronder de nuttig gebruikte straling het focus verlaat. Door variatie van deze uittreehoek kan men de bundelbreedte variëren tussen 0,3 en 0,8 mm. Aangezien nu de intensiteit van de uitgezonden röntgenstraling langs het focus kan variëren, is in het algemeen de bundel ter plaatse van het te onderzoeken kristal in verticale richting niet homogeen. Dit effect wordt nog verergerd als we met een doublet te maken hebben. (Het op het kristal vallende deel van het continue spectrum doet hier geen kwaad.)

De inhomogeniteit van de bundel leidt tot fouten in de intensiteitsverhouding van verschillende reflexies als het kristal niet rotatiesymmetrisch ten opzichte van de ω-as is en bij rotatie om deze as enigszins op en neer beweegt. Om dit laatste uit te sluiten, is de PAILRED zeer stabiel geconstrueerd en maakt de constructie het mogelijk het kristal te centreren met een fout in verticale richting kleiner dan 10 μm. De nodige stabiliteit kon worden gerealiseerd doordat het hiervoor slechts op de precisie van een enkel stel lagers aankomt, nl. die van de ω-as. De praktijk heeft bewezen dat met de PAILRED ook aan onregelmatig gevormde kristallen, mits deze klein genoeg zijn, betrouwbare intensiteitsmetingen kunnen worden uitgevoerd.

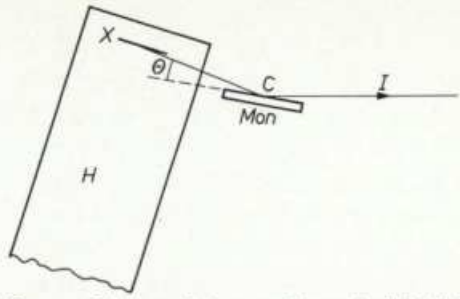


Fig. 14. Door middel van het monochromatorkristal *Mon*, dat op het omhulsel H van de röntgenbuis is gemonteerd, wordt de invallende röntgenbundel monochromatisch gemaakt. Is dit kristal onder de juiste hoek Θ geplaatst, dan zal het centrum ervan röntgenstraling met in principe slechts één enkele golflengte, bepaald door de wet van Bragg, terugkaatsen. De gereflecteerde monochromatische bundel I brengt men in het horizontale vlak, door de röntgenbuis met de daarop gemonteerde monochromator te draaien om de as C, die loodrecht op het vlak van tekening staat. X lijnvormig focus van de röntgenbuis.

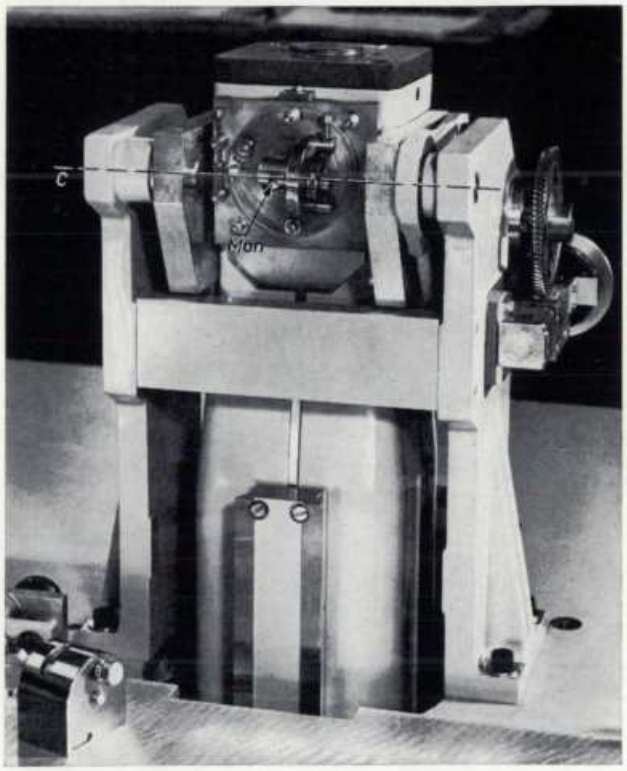


Fig. 15. De opstelling van de röntgenbuis met de monochromator. Het geheel kan worden gedraaid om de as C. *Mon* monochromatorkristal.

II. De schakelingen voor automatische besturing

In de beschrijving van de diffractometer hebben wij gezien hoe het instellen van het kristal en de detector voor het meten van de reflexie van een bepaald (hkl)-vlak teruggebracht werd tot het instellen van de juiste coördinaten x en y in de reciproke ruimte. Voor het automatiseren van het meetproces is nodig dat de diffractometer van de ene reflexiestand naar de volgende gaat en dat in elke stand een ω-aftasting wordt uitgevoerd, zodat de geïntegreerde intensiteiten van de (hkl)-vlakken één voor één gemeten worden. Deze

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

automatische handelingen van de diffractometer vormen ieder een vast programma van opeenvolgende gebeurtenissen (sequentie). In deel II van dit artikel beschrijven we nu de principes en enkele details van de elektronische schakelingen die worden gebruikt om deze sequenties te genereren [7]. Deze principes kunnen overigens worden toegepast in vrijwel elk geautomatiseerd apparaat met een vast programma.

Alle besturingsfuncties worden met behulp van digitale technieken verkregen, en men kan dus het besturingsorgaan opvatten als een speciale digitale rekenmachine met vast programma. De term „vast programma" sluit overigens niet uit dat toch nog experimentele parameters voor elk op te lossen probleem opnieuw geschikt gekozen kunnen worden. Zo kunnen b.v. de parameters van de reciproke cel van het te onderzoeken kristal (*A*, *B*, *C* en *D* in fig. 10) met behulp van schakelaars worden ingesteld. Evenzo kunnen het hoektraject van de ω-aftasting (van *Q* tot *R* in fig. 13) en de aftastsnelheid gekozen worden met schakelaars op het bedieningspaneel.

Hoewel het grootste deel van de besturingsschakelingen dient voor het genereren van de sequenties die nodig zijn voor het automatische meetproces, is er ook een aantal schakelingen om de diffractometer met de hand of half-automatisch te kunnen bedienen. Dit is speciaal gemakkelijk voor het oriënteren van het kristal ten opzichte van de assen van de diffractometer. Deze functie kan men beschouwen als een tweede vast programma: de bediening met de hand.

De belangrijkste sequenties

Alvorens de details van de besturingsschakelingen te bespreken, geven we een overzicht van de belangrijkste sequenties van de automatische besturing (*fig. 16*). Een hoofdrol spelen de ω-cyclus en de *x*-cyclus. Tijdens de ω-cyclus, die straks nader wordt besproken, worden de achtergrond en de intensiteit van een reflexie gemeten en de uitkomsten na de indices *H*, *K* en *L* afgedrukt en geponst. De *x*-cyclus bestuurt de verplaatsing volgens fig. 9 van de ene reflexie naar de volgende. Langs elke rij van het reciproke rooster wordt alleen de *x*-coördinaat veranderd, door telkens *A* impulsen aan de *x*-stappenmotor toe te voeren. Bij het bereiken van het einde van de rij wordt de

[7] P. G. Cath, Operational modes and controls of the PAILRED automatic single-crystal diffractometer, Norelco Reporter **12**, 57-62, 1965.

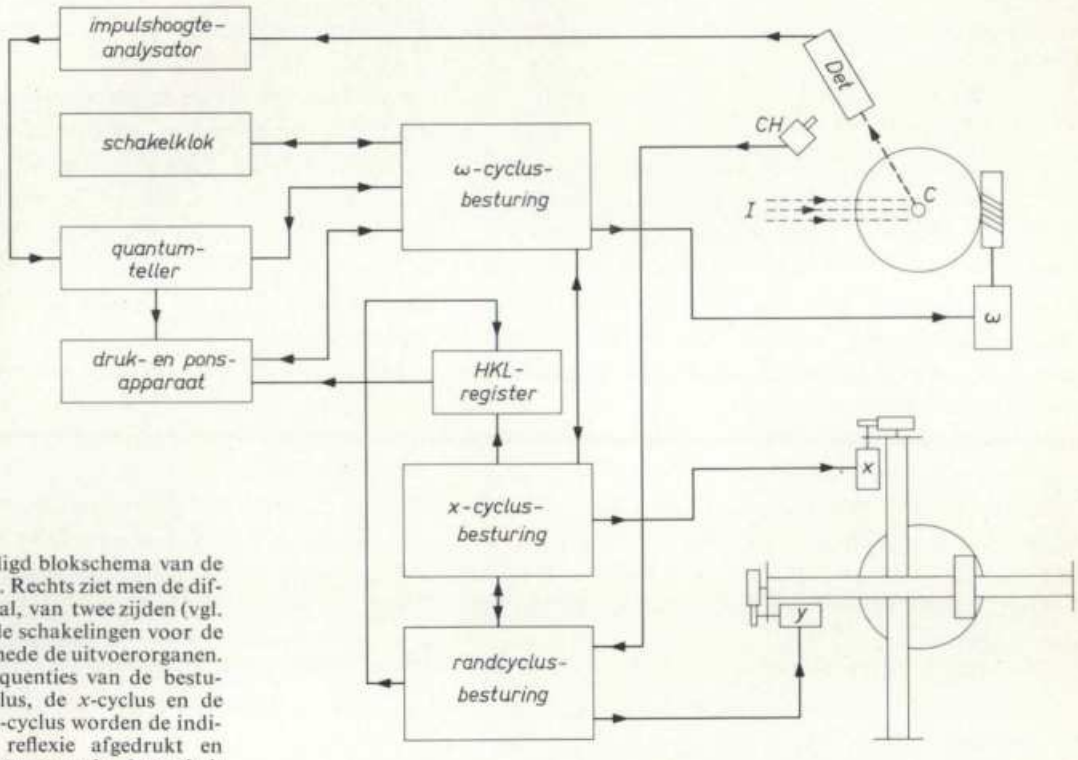


Fig. 16. Vereenvoudigd blokschema van de automatische cyclus. Rechts ziet men de diffractometer tweemaal, van twee zijden (vgl. fig. 8 en 12), links de schakelingen voor de stralingsmeting alsmede de uitvoerorganen. De belangrijkste sequenties van de besturing zijn de ω-cyclus, de *x*-cyclus en de randcyclus. In de ω-cyclus worden de indices *HKL* van elke reflexie afgedrukt en geponst, en de geïntegreerde intensiteit wordt gemeten. Tijdens deze meting wordt het kristal *C* door de motor ω langzaam over een kleine hoek gedraaid, terwijl de door de detector *Det* opgevangen stralingsquanta worden geteld (in het blok „quantumteller"). Vóór en na deze ω-aftasting wordt gedurende een tevoren ingestelde tijd (die in het blok „schakelklok" wordt afgepast) de achtergrond gemeten. Na het voltooien van deze cyclus treedt de *x*-cyclus in werking, de diffractometer loopt naar de *x*-coördinaat voor de volgende reflexie, waar de ω-cyclus opnieuw begint. Aan het einde van een lijn wordt de *x*-cyclus onderbroken door een signaal dat een bij het aanlopen van de detector in werking tredende schakelaar *CH* („counter high") afgeeft. Hierdoor wordt de randcyclus gestart. In deze cyclus wordt de *y*-coördinaat met *B* verlaagd (ook de index *K* wordt één lager), en de buitenste reflexie van de volgende lijn wordt opgezocht. Daarna begint weer de ω-cyclus. Het automatische proces eindigt als *y* negatief wordt.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

x-cyclus onderbroken door een signaal van de begrenzingsschakelaar CH („counter high"). Door dit signaal stopt de x-motor (en bij bediening met de hand eventueel ook de y-motor) en deze kan daarna alleen weer op gang worden gebracht in de richting naar de oorsprong. Het signaal „counter high" start ook een cyclus die de overgang naar de volgende rij verzorgt (fig. 9) en die we de randcyclus zullen noemen. In deze cyclus wordt de buitenste reflexie van de rij gezocht, zoals eerder besproken. Bij scheve roosters, waar de verschuivingen C en D uit fig. 10 moeten worden toegepast, treden de x-cyclus en de randcyclus met elkaar in wisselwerking. Hoewel tijdens de randcyclus soms verscheidene reciproke-roosterpunten worden gepasseerd, begint de ω-cyclus pas nadat het buitenste punt is gevonden. De veranderingen van H en K bij het heen en weer gaan worden door het besturingsorgaan automatisch verdisconteerd, en elke reflexie krijgt dus de juiste indices H en K; dit verklaart het „automatic indexing" in de naam PAILRED. Er treedt nog een onderbreking in de x-cyclus op, nl. in de buurt van de oorsprong $x = 0$, $y = 0$, aangezien in dit punt de stand van het assenkruis onbepaald zou worden. Deze onderbreking begint wanneer $y < 0{,}1$ en $|x| = 0{,}1$ reciproke-roostereenheden. De coördinaat y wordt dan met 0,1 verhoogd, vervolgens verandert x met 0,2, waarna y weer met 0,1 wordt verlaagd.

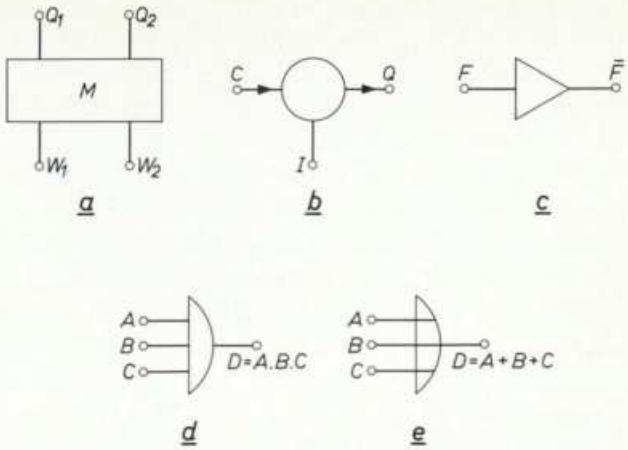


Fig. 17. *a*) Bistabiele wipschakeling. Van de twee uitgangen Q_1 en Q_2 is er één op aardpotentiaal („1") en één op een spanning van +12 V („0"). Is Q_1 = „1" en Q_2 = „0", dan zegt men dat de wipschakeling zich in de „1"-toestand bevindt, met M = „1" en $\overline{M}$ (NIET-M) = „0". De wipschakeling kan in de „0"-toestand, met M = „0", worden gebracht door een negatieve impuls op de ingang W_1. Omdat de toestand van de wipschakeling overeenkomt met de toestand van uitgang Q_1, kan men zeggen $M = Q_1$, en evenzo $\overline{M} = Q_2$.
b) Impulspoort. Als de spanning van de „voorwaarde-ingang" C gelijk aan +12 V is (C = „0"), komen negatieve impulsen die aan ingang I worden toegevoerd niet aan de uitgang Q, maar wèl als C op aardpotentiaal is (C = „1").
c) Logische omkeerschakeling. De toestand van de uitgang ($\overline{F}$ = NIET-F) is altijd tegengesteld aan die van de ingang.
d) EN-schakeling. D = „1" als $A = B = C$ = „1"; anders is D = „0".
e) OF-schakeling. D = „0" als $A = B = C$ = „0"; D = „1" als ten minste één van de ingangen in toestand „1" is.

Basisschakelingen

Voor de besturing van de drie bewegingen (x, y en ω) van de diffractometer, voor het automatisch meten en voor het afdrukken zijn diverse elektronische schakelingen nodig. Zo b.v. telschakelingen voor het tellen van het aantal stappen van de stappenmotoren (zie deel I); frequentiedelers voor het verkrijgen van impulsreeksen met constante frequentie voor het regelen van de motorsnelheid; zg. sequentietellers voor het genereren van de verschillende sequenties van de automatische besturing; en ten slotte logicaschakelingen waarmee wordt vastgesteld dat een deel van een sequentie klaar is en met het volgende deel begonnen kan worden.

Al deze functies kan men realiseren met behulp van vier bouwstenen (*fig. 17*):

a) Een geheugenschakeling met twee stabiele toestanden: de bistabiele wipschakeling (fig. 17*a*).
b) Een impulspoort die onder een bepaalde voorwaarde negatieve impulsen doorlaat die de bistabiele wipschakeling doen omslaan (fig. 17*b*). De genoemde impulsen komen rechtstreeks van de centrale impulsgenerator (klokimpulsen) of na frequentiedeling (motorimpulsen).
c) Een logicaschakeling die een signaal in zijn tegengestelde omzet: de omkeerversterker (fig. 17*c*).
d) Twee fundamentele logicaschakelingen: de EN-schakeling (fig. 17*d*) en de OF-schakeling (fig. 17*e*).

Deze bouwstenen zijn al vaker uitvoerig in dit tijdschrift behandeld [8][9]. In fig. 17 vindt men de symbolen waarmee ze in dit artikel zullen worden aangeduid, en in het onderschrift is hun werking kort gerecapituleerd.

Een eenvoudig voorbeeld van de wijze waarop deze bouwstenen worden gecombineerd is de start-stop-besturing. Stel, men wenst een stappenmotor te starten door even op een knop te drukken, en dan te doen stoppen door op een andere knop te drukken. Daar de drukknopschakelaars slechts even gesloten worden, is voor deze besturingsfunctie een geheugenelement nodig, een bistabiele wipschakeling. De basisschakeling voor de functie is in *fig. 18* weergegeven. Zolang de schakelaars open zijn, is de spanning aan de ingangen van de impulspoorten G_1 en G_2 positief, de poorten

[8] E. J. van Barneveld, Digitale bouwstenen, Philips techn. T. **28**, 48-61, 1967 (no. 2).
[9] C. Slofstra, Het toepassen van digitale bouwstenen in industriële apparatuur, Philips techn. T. **29**, 19-33, 1968 (no. 1). — In Slofstra's artikel behoort toestand „1" bij het hoge niveau en toestand „0" bij het lage niveau (positieve logica), terwijl wij in dit artikel de omgekeerde afspraak gebruiken (negatieve logica).

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

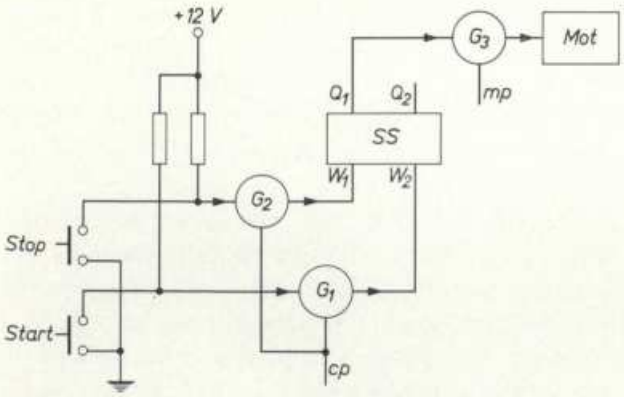


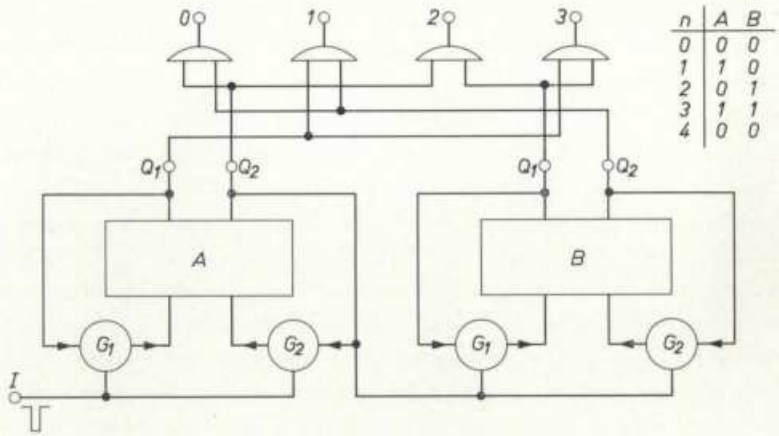
Fig. 18. De stappenmotor *Mot* wordt in beweging gebracht door het toevoeren van motorimpulsen *mp*. De impulspoort G_3 wordt bestuurd door een bistabiele wipschakeling *SS*, die men kan doen omslaan met de drukknopschakelaars *Start* en *Stop*. *cp* klokimpulsen.

zijn derhalve dicht en de toestand van de wipschakeling *SS* blijft onveranderd, daar geen klokimpulsen *cp* de ingangen W_1 en W_2 kunnen bereiken. Stel dat de wipschakeling zich aanvankelijk in de „0"-stand bevindt; dan is zijn uitgang Q_2 op aardpotentiaal en uitgang Q_1 op +12 V. In deze toestand is impulspoort G_3 dicht en er worden geen motorimpulsen *mp* aan de stappenmotor *Mot* doorgegeven. Als de startknop even ingedrukt wordt, gaat de impulspoort G_1 open en er worden (negatieve) klokimpulsen *cp* aan de ingang W_2 van de bistabiele wipschakeling toegevoerd. Hierdoor wordt de wipschakeling in de „1"-stand gebracht. Impulspoort G_3 gaat nu open, en zolang de wipschakeling in deze toestand blijft, worden er motorimpulsen *mp* aan de stappenmotor toegevoerd. Drukt men op de stop-knop, dan wordt dit proces omgekeerd, de wipschakeling keert terug naar de „0"-stand en de stappenmotor stopt. Het kan voorkomen dat bij het indrukken van de drukknopschakelaars meer dan één klokimpuls op de ingangen van de wipschakeling komt, doch nadat de eerste impuls de wipschakeling heeft doen omslaan, hebben de volgende impulsen geen effect meer op de toestand van dit geheugenelement.

Tellers

Met behulp van de bouwstenen van fig. 17 kan men alle functies realiseren die voor de sequenties van de automatische besturing nodig zijn. De meest voorkomende functie is het elektronisch tellen. Zo wordt b.v. het aantal impulsen geteld dat aan een stappenmotor wordt toegevoerd; daardoor is de teweeggebrachte verplaatsing bekend en regelbaar. Ook worden tellers gebruikt voor het genereren van de stappen van de sequenties.

In *fig. 19* is een teller met twee trappen *A* en *B* weergegeven. Elke trap bestaat uit een bistabiele wipschakeling en twee impulspoorten. Is de wipschakeling aanvankelijk in de „0"-stand, dan bevindt uitgang Q_1 zich op +12 V en uitgang Q_2 op aardpotentiaal. De impulspoort G_1 is dan dicht, de poort G_2 open. Een aan de impulsingang *I* toegevoerde impuls passeert impulspoort G_2 van trap *A* en doet de bistabiele wipschakeling hiervan omslaan naar „1". Een tweede impuls brengt deze weer terug in „0", enz. Om de andere impuls zal bij het omslaan van de wipschakeling *A* van „1" naar „0" de spanning aan de uitgang



n	A	B
0	0	0
1	1	0
2	0	1
3	1	1
4	0	0

Fig. 19. Door combinatie van twee bistabiele wipschakelingen *A* en *B* worden telschakelingen met vier mogelijke standen verkregen. De tabel geeft de toestand van de twee wipschakelingen na *n* impulsen. *I* impulsingang.

Q_2 van +12 V vallen naar aardpotentiaal. Deze sprong van hoge naar lage spanning wordt gebruikt als ingangsimpuls voor de tweede tellertrap *B*. De tabel in fig. 19 geeft de toestanden van de twee bistabiele wipschakelingen *A* en *B* na een reeks ingangsimpulsen. Er zijn vier toestanden mogelijk, en na elke vierde ingangsimpuls keert de combinatie van de beide bistabiele wipschakelingen in dezelfde toestand terug. De vier mogelijke toestanden kunnen worden afgelezen met behulp van een decodeernetwerk, bestaande uit EN-schakelingen (zie fig. 19). Hierbij wordt gebruik gemaakt van het feit dat bij elke wipschakeling aan de tweede uitgang het omgekeerde signaal aanwezig is als aan de eerste. Daar men door de decodering kan vaststellen hoeveel ingangsimpulsen na de oorspronkelijke toestand „00" ontvangen zijn, kan de schakeling als teller worden gebruikt.

Bij de combinatie van twee bistabiele wipschakelingen is het aantal stabiele toestanden vier, bij een teller

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

met n wipschakelingen is het 2^n. Bij tellen in het binaire systeem worden bistabiele wipschakelingen op de meest economische wijze gebruikt, maar om praktische redenen moet men toch vaak in het decimale systeem tellen. Voor een decimale teller, bestaande uit een aantal decades, heeft men per decade vier bistabiele wipschakelingen nodig. Van de $2^4 = 16$ mogelijke toestanden worden er nu slechts tien gebruikt: zodra de elfde toestand wordt bereikt, gaat de decade weer naar nul en wordt er een overdrachtsimpuls aan de volgende decade afgegeven. Zulke decadetellers komen in de PAILRED op vele plaatsen voor. Sommige hiervan zijn ingewikkelder, omdat ze ook in omgekeerde richting moeten kunnen tellen. De teller heeft dan twee ingangen, één voor de te tellen impulsen en één om te bepalen of vooruit of achteruit geteld moet worden. Op deze details zullen we hier niet nader ingaan.

De EN-schakelingen in fig. 19 geven een volledige decodering van de vier mogelijke toestanden van de wipschakelingen A en B. Voor volledige decodering van een, uit vier wipschakelingen bestaande, decade van een decimale teller heeft men tien EN-schakelingen, elk met vier ingangen, nodig. Wordt een teller gebruikt voor het tellen van één bepaald aantal impulsen, b.v. het aantal N dat aan de afstand tussen naburige reflexies beantwoordt (de constante A van fig. 9), dan is alleen de toestand van de teller die overeenkomt met het aantal N van belang. Zijn er n decimale cijfers, dan kan men het getal N instellen met n schakelaars die elk tien standen hebben. Hierbij worden speciale duimwielschakelaars [9] gebruikt, waarvoor geen aparte decodeerschakeling nodig is. Deze bevatten een EN-schakeling die bij elke positie van het wiel telkens met de juiste combinatie van de acht uitgangen van de wipschakelingen van een decade wordt verbonden. De EN-schakelingen van de n verschillende decades worden gecombineerd tot één EN-schakeling, zoals in *fig. 20* symbolisch is aangegeven. Deze EN-schakeling zal alleen dan een uitgangssignaal afgeven als de stand van de teller overeenkomt met het getal N dat met de duimwielschakelaars was ingesteld.

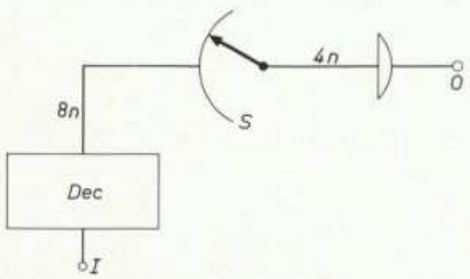


Fig. 20. Symbolische voorstelling van een decimale teller *Dec* met n decades (d.w.z. $4n$ wipschakelingen), gecombineerd met een decodeerschakeling, die aan de uitgang O een signaal levert wanneer de teller de stand bereikt die tevoren met n duimwielschakelaars S (elk met tien standen) was ingesteld. De EN-schakeling heeft $4n$ ingangen, één voor elke wipschakeling, en is gedeeltelijk in de schakelaars ingebouwd. I impulsingang.

Een tweede functie die de telschakeling van fig. 19 kan waarnemen is de frequentiedeling. Elk van de EN-schakelingen in fig. 19 geeft een uitgangsimpuls eens op de vier keren dat een ingangsimpuls arriveert. Worden dus aan de ingang honderd impulsen per seconde toegevoerd, dan zullen aan de uitgang van de EN-schakelingen 25 impulsen per seconde verschijnen. Deze manier van frequentiedeling wordt in het besturingssysteem toegepast om de impulsreeksen voor het aandrijven van de stappenmotoren met verschillende snelheden op te wekken. Heeft men een nauwkeurige kristaloscillator en een stel van de beschreven frequentiedelers, dan vervalt dus de noodzaak van een groot aantal nauwkeurige oscillators.

Half-automatische instelling van x en y

De x- en y-bewegingen van het lineaire geleidingsmechanisme op de diffractometer kunnen ook met de hand worden bestuurd, zodat men elk gewenst vlak (hk) voor onderzoek en meting in de reflexiestand kan brengen. Om deze handeling te vereenvoudigen, is de mogelijkheid geschapen de x- en y-coördinaten vooraf met behulp van schakelaars in te stellen (adresschakelaars); de bewegingen stoppen dan automatisch als deze coördinaten bereikt zijn. De voor deze functie gebruikte schakeling zullen we nu nader bespreken (*fig. 21*). Voor de onafhankelijke instelling van x en y zijn twee identieke schakelingen van dit soort aanwezig.

De stappenmotor *Mot* die op het lineaire geleidingsmechanisme van de diffractometer is aangebracht wordt bekrachtigd door een motorvoedingsschakeling *MD*. Aan deze schakeling toegevoerde impulsen *mp* veroorzaken een beweging van de motor met één stap per impuls. De motorvoedingsschakeling heeft een tweede ingang, de omkeeringang, die dient om de bewegingsrichting te bepalen. Als hierop een signaal (*rev*) aanwezig is, loopt de motor achteruit. Dit zelfde omkeersignaal wordt naar een (op- en aftellende) decimale teller *Dec* met vijf decades gevoerd, tegelijk met de motorimpulsen, maar naar een aparte ingang. Bij aanwezigheid van het omkeersignaal *rev* keert ook de telrichting van de teller om. De teller geeft dus op elk moment de coördinaat van het assenkruis aan; voor het gemak is hij voorzien van een cijferindicatie, die op het bedieningspaneel is aangebracht.

Het besturen van de beweging gebeurt met de stop-start-wipschakeling *SS* op soortgelijke wijze als reeds bij fig. 18 werd besproken. Op de niet gemerkte ingangen van de impulspoorten in fig. 21 staat een kloksignaal, d.i. een voortdurende reeks negatieve impulsen.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

De beweging in de positieve dan wel negatieve richting kan worden gestart door het indrukken van een der knoppen *Start+* of *Start—*, tenzij op dat moment de coördinaatstand al precies overeenkomt met de positie die met de adresschakelaar *AS* is ingesteld. In het laatste geval, of zodra de coördinaatteller deze ingestelde stand heeft bereikt, wekt de bij de adresschakelaar behorende EN-schakeling het adressignaal *as* op, dat de start-stop-wipschakeling *SS* terugbrengt in de stand „0", waardoor de beweging stopt. Door de omkeerschakeling heft het adressignaal *as* ook de werking van de twee start-knoppen op. Onafhankelijk hiervan kan de beweging ook worden gestopt door indrukken van de stop-drukknop.

zal blijken dat de besturing van de ω-cyclus moet samenwerken met vele andere functies van het elektronische systeem. Die andere functies zullen wij kort beschrijven waar zij te pas komen.

Stap 0. Zolang het lineaire geleidingsmechanisme op weg is naar de volgende reflexiestand, is de ω-cyclus buiten werking en blijft in de rusttoestand. Bij het bereiken van de reflexiestand gaat de ω-cyclus over naar stap 1.

Stap 1. Het besturingsorgaan van de ω-cyclus geeft eerst een afdrukcommando voor het afdrukken van de inhoud van het *HKL*-register, waardoor de te meten reflexie wordt geïdentificeerd. Het *HKL*-register behoort tot het besturingsgedeelte dat het lineaire

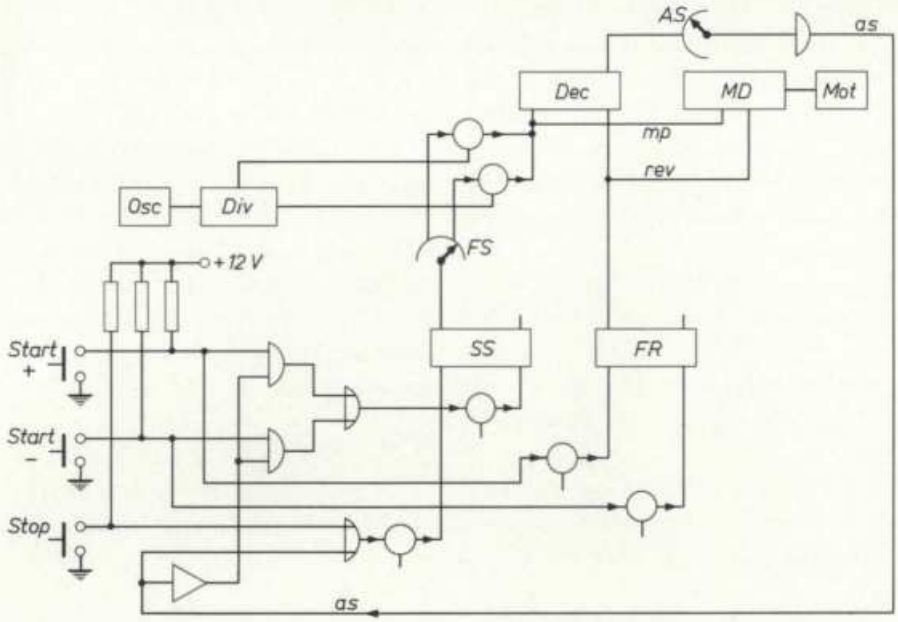


Fig. 21. Half-automatische besturing van de stappenmotor *Mot* voor de *x*- of *y*-beweging. De motor ontvangt impulsen *mp* van de motorvoedingsschakeling *MD*. Deze worden ontleend aan een oscillator *Osc* met frequentiedeler *Div*. De snelheid kan worden gekozen met de snelheidskeuzeschakelaar *FS*. De bewegingsrichting wordt bepaald door het omkeersignaal *rev*, dat de vooruit-achteruit-besturing *FR* levert. De decimale teller *Dec* telt de motorimpulsen. De motor wordt gestopt door een adressignaal *as*, zodra hij de stand heeft bereikt die met de adresschakelaar *AS* is ingesteld. *SS* stop-start-besturing.

Voor de motorbeweging kan men kiezen uit negen verschillende snelheden. De frequentiedeler *Div* levert impulsreeksen met negen verschillende frequenties, die aan de ingangen van negen impulspoorten worden toegevoerd. De snelheidskeuzeschakelaar *FS* zorgt ervoor dat het stop-start-signaal op de desbetreffende van de negen impulspoorten komt te staan, en de aldus gekozen impulsfrequentie bepaalt de snelheid van de motor.

Besturing van het eigenlijke meetproces

Thans zullen wij ingaan op de reeks handelingen die moeten worden verricht voor het meten van elke reflexie en het registreren van de resultaten. Hierbij

geleidingsmechanisme bestuurt. De *HKL*-waarden (en de verdere meetgegevens) worden ter documentatie op een papierstrook afgedrukt, maar tevens vastgelegd in een medium (b.v. ponsband) dat later kan dienen om de gegevens ter verdere verwerking aan een grote elektronische rekenmachine toe te voeren. Na beëindiging van de afdrukcyclus geeft de afdrukstuurschakeling een eindsignaal „afdrukken klaar".

Stap 2. De ω-cyclusbesturing geeft vervolgens aan de ω-aftasting — een tweede sequentie — een commando voor snelle aftasting. De algemene gang van zaken wordt hier door de ω-cyclusbesturing geregeld, terwijl de ω-aftastbesturing zorgt voor de beweging van de ω-stappenmotor en het onthouden van de bereikte

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

stand. (De ω-aftastbesturing zal straks nader worden besproken.) Het kristal wordt nu over een kleine hoek (b.v. 1°) om de ω-as gedraaid, zodat de detector de stralingsachtergrond kan meten (punt Q in fig. 13).

Stap 3. Bij deze achtergrondmeting blijft het kristal gedurende een bepaalde tijd in stand Q stilstaan. De duur van deze meting wordt geregeld door een schakelklok, die aan het begin van deze stap door de ω-cyclusbesturing op nul wordt gezet en opnieuw gestart. De schakelklok start op zijn beurt een elektronische teller (de „quantumteller"), die het aantal door de detector opgevangen röntgenquanta telt.

Na afloop van de achtergrondmeting wordt het resultaat afgedrukt, en de voltooiing hiervan wordt weer aangegeven door een signaal „afdrukken klaar".

Stap 4. Vervolgens zet de ω-cyclusbesturing de quantumteller terug op nul. Daarna wordt tegelijkertijd de quantumteller weer gestart en aan de ω-aftastbesturing een commando gegeven voor langzame aftasting. Terwijl het kristal nu langzaam over een hoek van 2° om de ω-as wordt gedraaid (van Q naar R in fig. 13), worden de quanta geteld en daarmee de geïntegreerde intensiteit gevonden.

Stap 5. Bij aankomst in R wordt de quantumteller gestopt en de gemeten geïntegreerde intensiteit afgedrukt.

Stap 6. Gedurende eenzelfde tijd als in stap 3 wordt in stand R de achtergrond gemeten en daarna het resultaat afgedrukt.

Stap 7. De ω-cyclusbesturing geeft nu aan de ω-aftastschakeling een commando voor snelle aftasting en het kristal wordt 1° teruggedraaid naar zijn beginstand (P).

Stap 8. Na voltooiing van de volledige ω-cyclus wordt de ω-cyclusbesturing teruggebracht in de beginstand (stap 0) en het x,y-assenkruis op de diffractometer beweegt zich nu naar de volgende reflexiestand.

Een bespreking van alle details van de ω-cyclusbesturing zou hier te ver voeren. De belangrijkste principes lichten we toe aan de hand van *fig. 22*. Het hart van de besturingsschakeling is de sequentiegenerator *Seq*, die niets anders is dan een elektronische teller met volledige decodering, geheel gelijk aan de in fig. 19 weergegeven schakeling, met dien verstande dat er meer trappen van bistabiele wipschakelingen en EN-schakelingen nodig zijn. De $m + 1$ mogelijke toestanden van deze sequentiegenerator noemen wij $S_0, S_1, \ldots S_m$, waarbij S_0 de rusttoestand is, waarin de besturing niet werkt.

Stel dat de sequentiegenerator een bepaalde toestand heeft bereikt waarin een bepaalde handeling moet worden verricht, b.v. toestand S_3, waarin gedurende een vaste tijd de achtergrond moet worden gemeten (zie boven, stap 3). Er verschijnt dan een signaal op de uitgang S_3, die verbonden is met de stuuringang van de schakelklok behorende bij de apparatuur voor de stralingsmeting, *Rad*. Zijn de achtergrondmeting en het afdrukken klaar, dan komt het eindsignaal *cs* van de afdruk-stuurschakeling, dat dit aangeeft, op een EN-schakeling te staan, waarvan de tweede ingang met S_3 verbonden is. Het uitgangssignaal van de EN-schakeling gaat door de OF-schakeling en opent de impulspoort, zodat de sequentiegenerator verder gaat naar de volgende toestand, S_4. Door deze toepassing van de EN-schakeling wordt voorkomen dat het eindsignaal *cs* tijdens andere delen van het automatisch verlopende proces een verdergaan van de sequentiegenerator teweeg kan brengen; er is immers voor elk deel een bijbehorend eindsignaal nodig om de voltooiing van de stap aan te geven. De EN-schakeling is nog om een andere reden nodig. De afdruk-stuurschakeling werkt in het algemeen niet synchroon met de klok die de sequentiegenerator verder doet gaan, en om zeker te zijn dat de sequentiegenerator verdergaat, moet men het signaal „afdrukken klaar" lang genoeg laten duren. Dank zij de werking van de EN-schakeling wordt het signaal dat de sequentiegenerator verder doet gaan onderdrukt zodra deze de stand S_3 verlaten heeft, en de verdere aanwezigheid van het eindsignaal doet dan geen kwaad meer.

Ω-aftastbesturing

De ω-draaiing wordt ten uitvoer gelegd door de ω-aftastbesturing, die de aftastcommando's („fast" of

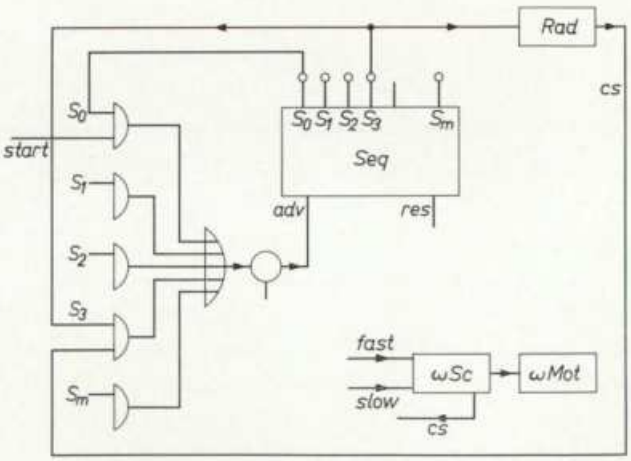


Fig. 22. De besturing van de ω-cyclus regelt de ω-draaiing bij het automatische meetproces. De stappen van de sequentie worden gegenereerd door een centrale telschakeling, de sequentiegenerator *Seq*, die een ingang *Adv* voor het verdergaan en een ingang *Res* voor het terugzetten heeft. De uitgangen van de sequentiegenerator zijn verbonden met de commando-ingangen „fast" en „slow" van de ω-aftastbesturing ωSc en met de apparatuur voor de stralingsmeting, *Rad*, die de schakelklok, de quantumteller en het afdrukapparaat bevat. De impulsen voor het verdergaan worden opgewekt door eindsignalen *cs* en het sequentiestartsignaal *start*.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

„slow") ontvangt van de hierboven besproken ω-cyclusbesturing. Aangezien de schakeling voor de aftastbesturing aanzienlijk minder gecompliceerd is dan de ω-cyclusbesturing, nemen we deze als voorbeeld voor een nadere bespreking van een stuurschakeling zoals die voor de verschillende sequenties wordt toegepast.

Wanneer een aftastcommando gegeven wordt, moet de ω-motor gaan draaien en het kristal naar een eindpunt van het aftasttraject brengen. Verdwijnt dan het aftastcommando, dan zal de ω-motor in dat punt blijven staan. Verdwijnt het commando niet, dan keert de motor van draairichting om en er wordt een aftasting in tegengestelde richting uitgevoerd. De heen- en weergaande aftastbeweging zal doorgaan zolang het aftastcommandosignaal aanwezig is.

De acht hoofdtoestanden die de besturing bij dit aftastproces moet „herkennen" zijn in *fig. 23* aangegeven. De toestanden P_0 en P_4 komen overeen met het midden van het aftasttraject, punt P in fig. 13. P_2 en P_6 beantwoorden aan de uiteinden van het traject, dat zijn de punten Q en R in fig. 13. De af te leggen hoekafstand bij overgang van P_0 naar P_2 enz. kan worden ingesteld met een hiertoe aangebrachte kiezer. De eigenlijke ω-beweging vindt plaats tijdens de oneven P-toestanden.

In *fig. 24* ziet men de stuurschakeling voor deze sequentie. Aangezien er acht hoofdtoestanden zijn, bevat de sequentiegenerator drie bistabiele wipschakelingen (A, B en C), die onderling verbonden zijn als in de normale telschakeling (zie fig. 19), met uitzondering van de eerste wipschakeling (A). Door EN-schakelingen vindt op de normale wijze een volledige decodering van de acht toestanden plaats (zie fig. 19).

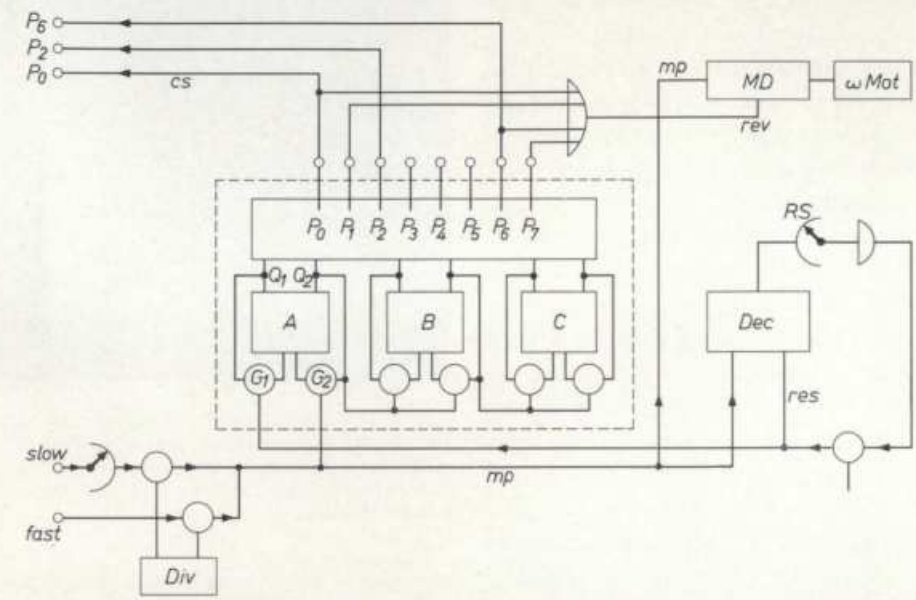


Fig. 24. Besturing van de ω-aftasting. De sequentiegenerator (met een streeplijn omlijnd) bevat drie bistabiele wipschakelingen A, B en C en een decodeernetwerk $P_0 \ldots P_7$. Aan zijn uitgangen levert hij eindsignalen *cs* en het omkeersignaal *rev* voor de ω-motor *Mot*. De aan de motorvoedingsschakeling *MD* toegevoerde motorimpulsen *mp* worden ontleend aan een frequentiedeler *Div*. Het doorlaten van deze motorimpulsen wordt geregeld door de aftastcommando's „slow" of „fast" van de ω-cyclusbesturing. De motorimpulsen worden geteld in de hoekteller *Dec*, die aangesloten is op de aftasttrajectkiezer *RS*. Aan het einde van het aftasttraject wordt de teller teruggezet (*res*), en de sequentiegenerator gaat één stap verder.

Aanvankelijk staat de sequentiegenerator in de nulstand ($A = B = C =$ „0"); hetzelfde geldt voor de teller *Dec* die de afgelegde hoek meet. Deze hoekteller telt het aantal motorimpulsen, en aangezien elke stap van de ω-stappenmotor overeenkomt met 0,001°, moeten er duizend impulsen geteld worden voor elke graad van de ω-draaiing.

Bij verschijnen van een opdracht „slow" voor langzame aftasting gaat één van een serie impulspoorten open en laat motorimpulsen met een bijbehorende frequentie door, die afkomstig zijn van de frequentiedeler *Div*. Het kiezen van de motorsnelheid gaat op soortgelijke wijze als bij de x- en y-beweging, zie fig. 21. De motorimpulsen *mp* worden toegevoerd aan de motorvoedingsschakeling *MD* en worden geteld

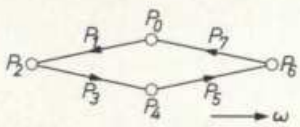


Fig. 23. De acht toestanden van de sequentiegenerator, die voorkomen bij het genereren van de heen-en-weer-gaande aftastbeweging van het kristal om de ω-as. In de toestanden met even indices staat het kristal stil, hetzij in het midden van het traject (P_0 en P_4), hetzij aan zijn uiteinden (P_2 en P_6). De eigenlijke beweging vindt plaats in de toestanden met oneven indices.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

door de hoekteller *Dec*. De eerste motorimpuls brengt de bistabiele wipschakeling *A* in de „1"-stand, waarna de impulspoort G_2 van deze wipschakeling wordt gesloten door zijn uitgangssignaal Q_2. Heeft de hoekteller *Dec* het aantal impulsen bereikt dat tevoren met de kiezer *RS*, die het aftasttraject bepaalt, was ingesteld, dan wordt hij op nul teruggezet. De terugzetimpuls *res* gaat door de impulspoort G_1 van de wipschakeling *A*, en de sequentiegenerator gaat nu verder naar stand P_2. Het P_2-signaal dient als eindsignaal voor de ω-cyclusbesturing. Zonodig kan dan de ω-cyclusbesturing in actie komen en het aftastcommando opheffen.

Men kan zich afvragen of het feit dat het aftastcommando nog aanwezig is als de sequentiegenerator naar toestand P_2 verdergaat geen moeilijkheden doet ontstaan betreffende de tijdsvolgorde van de signalen. Immers, het aftastcommando kan pas worden opgeheven nadat de sequentiegenerator van de ω-cyclusbesturing de volgende stand heeft bereikt, hetgeen enkele periodes van de klokimpulsen in beslag kan nemen. Aangezien we met een klokfrequentie werken van 10 000 impulsen per seconde, zal het aftastcommando nog enkele honderden μs na het bereiken van P_2 aanwezig zijn. Daar echter de hoogste motorfrequentie 400 impulsen per seconde bedraagt en er dus 2500 μs tussen de motorimpulsen liggen, is er ruimschoots voldoende tijd om het aftastcommando op te heffen, zodat voorkomen wordt dat de volgende motorimpuls door de impulspoort gaat. De bistabiele wipschakeling *A* zal dus in de „0"-stand blijven en de sequentiegenerator zal niet naar toestand P_3 verdergaan.

Ook de richting van de ω-beweging wordt door de sequentiegenerator bepaald: in de standen P_1 en P_7 draait de motor in omgekeerde richting. Het omkeersignaal *rev* is ook aanwezig in de toestanden P_0 en P_6, aangezien de sequentiegenerator zich nog in deze toestanden bevindt als de eerste motorimpuls aankomt.

Het bedieningspaneel

In het bovenstaande hebben we de principes van de schakelingen voor de automatische sequentiebesturing besproken en aan de hand van de details van een aantal typische functies toegelicht. Al deze functies worden bestuurd vanaf het in *fig. 25* afgebeelde bedieningspaneel. Alle drie de stappenmotoren op de diffractometer (de x-, y- en ω-motor) worden vanaf dit paneel bestuurd, en hier worden door middel van de in fig. 25 zichtbare schakelaars de experimentele parameters voor de met een vast programma aflopende sequenties ingesteld.

Overeenkomstig de verschillende functies is het paneel verdeeld in vijf hoofdvakken. Het linker vak bevat alle schakelaars die nodig zijn voor de besturing

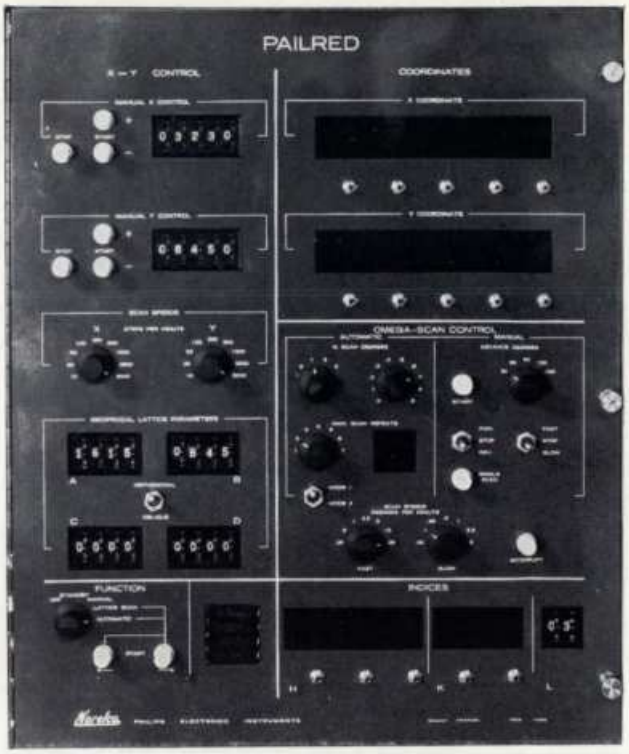


Fig. 25. Met behulp van schakelaars op het bedieningspaneel worden de experimentele parameters voor het automatische meetproces ingesteld. Met andere schakelaars kunnen de drie motoraandrijvingen op de diffractometer half-automatisch worden bediend.

van de x- en y-bewegingen. Bovenaan bevindt zich de adresschakelaar voor de half-automatische besturing van de x-beweging. Deze besturing hebben we hierboven nader besproken (fig. 21). Eronder bevindt zich een overeenkomstige schakelaar voor de y-beweging en daaronder weer schakelaars voor het afzonderlijk instellen van de x- en de y-snelheid. Met de schakelaars *A*, *B*, *C* en *D* kunnen de parameters voor de afmetingen van de reciproke cel worden ingesteld; de letters corresponderen met die in fig. 10. Uiteraard worden *C* en *D* slechts gebruikt als men met scheve reciproke roosters te maken heeft.

Onderaan het paneel bevindt zich een functieschakelaar, waarmee men kiezen kan tussen bediening met de hand (Manual), roosteraftasting (Lattice scan) en geheel automatisch meetproces (Automatic). Hiervan is alleen de roosteraftasting nog niet besproken. De roosteraftasting is een half-automatische werkwijze die men bij het begin van het werk, als men bezig is de kristalassen ten opzichte van het assenkruis van de diffractometer in te stellen, gebruikt om naar reflexies te zoeken. Dit gebeurt door de x,y-ruimte van de diffractometer volgens de in *fig. 26* getekende baan af te tasten. De aftastbeweging is continu en stopt uiteraard niet bij het bereiken van de reflexiestanden, omdat deze nog niet aan de besturing zijn meegedeeld. Zodra een reflexie op de papierstrook wordt geregis-

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

treerd, kunnen de coördinaten ervan op hetzelfde ogenblik worden afgelezen op de indicatorbuizen, of achteraf op de papierstrook. Voor het instellen van de afstanden A en B in fig. 26 worden dezelfde schakelaars A en B gebruikt die bij het automatische meetproces dienen voor het instellen van de afmetingen van de cel van het reciproke rooster. De roosteraftasting is een aftasting in twee dimensies van de reciproke ruimte — of desgewenst in drie dimensies, als men de equi-inclinatietechniek toepast en het tweedimensionale afzoeken bij verschillende instellingen van de inclinatiehoek μ herhaalt. De roosteraftasting kan echter ook worden gebruikt om een snel overzicht van de reflexie-intensiteiten te krijgen, ten einde de symmetrie van het kristal te bepalen of de justering te controleren. In dit geval kiest men de constante B gelijk aan een constante van het reciproke rooster, terwijl men B voor het afzoeken veel kleiner maakt.

Rechts bovenaan het bedieningspaneel in fig. 25 bevinden zich de cijferindicatoren die de inhoud van de x- en y-coördinaattellers zichtbaar maken (vgl. fig. 21). Hun enige taak is de onderzoeker in staat te stellen de x- en y-posities van het lineaire geleidingsmechanisme van de diffractometer gemakkelijk af te lezen.

Onder deze coördinaatindicatoren bevinden zich de schakelaars voor de bediening van de derde motor (de ω-motor). Met twee schakelaars kan men de motor met de hand inschakelen en heen of terug laten bewegen. Men heeft de keuze tussen langzame en snelle beweging, en voor elk van de twee kan met een afzonderlijke kiezer nog uit een reeks snelheden worden gekozen. Men kan de ω-motor gebruiken voor een nauwkeurige bepaling van de roosterconstanten. Hierbij wordt het lineaire geleidingsmechanisme niet gebruikt. De detector wordt met de hand voor iedere reflexie in de juiste hoekstand gebracht en het kristal wordt dan door de ω-motor gedraaid. De hoekstand

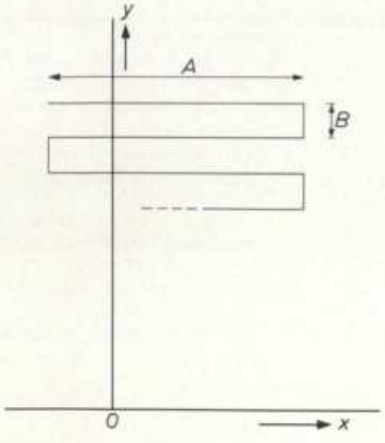


Fig. 26. Een van de half-automatische werkwijzen is de „roosteraftasting". Start men deze in de positieve richting, dan neemt x toe met A, vervolgens neemt y af met B, dan neemt x af met A, enz.

waarin een reflexie optreedt kan men aflezen op de schaal van de ω-aandrijving (fig. 12), of desgewenst op de indicatorbuizen van de y-coördinaat; in beide gevallen is de afleesnauwkeurigheid 0,001°.

Voor het justeren van het kristal wil men vaak reflexies aan roostervlakken die door de kristalsymmetrie verwant zijn met elkaar vergelijken. Om dit te vergemakkelijken, is de mogelijkheid geschapen het kristal over tevoren ingestelde hoeken om de ω-as te draaien. Omdat bij een monokristal alleen een 2-, 3-, 4- of 6-voudige symmetrie kan optreden, heeft men alleen de hoekafstanden 180°, 120°, 90° en 60° nodig, uit deze wordt gekozen met de schakelaar „advance degrees" op het bedieningspaneel. Ook een draaiing over 30° is mogelijk.

Eveneens voor het controleren van de kristaljustering kan men de machine het volledige automatische meetproces voor slechts één enkele reflexie (met inbegrip van de achtergrondmetingen) laten uitvoeren. Hiertoe drukt men de knop „single-scan" in. Het voordeel hierbij is dat het kristal in zijn beginstand terugkeert. Dit doet het ook als men de ω-cyclus op een willekeurig ogenblik onderbreekt, door op de knop „interrupt" te drukken.

Er zijn ook nog schakelaars aangebracht waarmee men het ω-aftasttraject kan instellen, in het gebied tussen 0,1 en 3,9°. De keuze van het aftasttraject hebben we bij de beschrijving van de ω-aftastbesturing besproken (zie fig. 24). Aangezien de afstand van toestand P_0 tot toestand P_2 gemeten wordt, komen bovengenoemde getallen overeen met de helft van het totale aftasttraject waarover de intensiteit wordt geïntegreerd.

Twee extra-mogelijkheden van de ω-cyclusbesturing zijn nog niet besproken. Men kan zwakke reflexies enige malen achtereen laten aftasten, om de nauwkeurigheid te verbeteren. Het maximum-aantal herhalingen, tot ten hoogste zeven, kan worden ingesteld. Om anderzijds niet onnodig lang te meten, met name bij de sterke reflexies, is de schakeling zo ingericht dat de aftasting altijd wordt beëindigd op het eerstvolgende eindpunt nadat een vooraf ingesteld aantal quanta is geteld. Hiertoe geeft de quantumteller een signaal aan de besturing van de ω-cyclus. Het aantal malen dat de meting is herhaald wordt afgedrukt en in de band geponst.

De tweede extra-mogelijkheid is het kiezen van twee varianten I en II van de ω-cyclus bij het automatische meetproces. Deze twee varianten hebben betrekking op de manier waarop de achtergrond wordt gemeten. Bij variant I gebeurt dit aan beide zijden van de reflexie op de reeds besproken manier. Bij variant II wordt de gemiddelde achtergrond over een traject in de reciproke ruimte bepaald door meting gedurende de tijd

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

dat het lineaire geleidingssysteem zich van een reflexiestand naar de volgende verplaatst.

Ten slotte zijn er rechts onderaan op het bedieningspaneel indicatorbuizen die de inhoud van het *HKL*-register zichtbaar maken, waardoor men tijdens het automatische meetproces kan zien welke reflexie gemeten wordt. Bij het begin van een automatische meetserie moet men de indices *HKL* van de eerste reflexie met de hand instellen. Aangezien de *L*-index zich tijdens de meetserie niet wijzigt, laten de automatische elektronische schakelingen de *L*-instelling verder ongemoeid.

Slotopmerkingen

Een belangrijk facet bij de ontwikkeling van de PAILRED was het streven naar nauwkeurigheid. Zoals hierboven beschreven, leidde dit tot het gebruik van een kristalmonochromator, hoewel hierdoor de invallende bundel ter plaatse van het te onderzoeken kristal inhomogeen wordt. Dit doet geen afbreuk aan de nauwkeurigheid indien het kristal bolvormig is en het middelpunt ervan samenvalt met het snijpunt van de assen waarom het wordt gedraaid. Na de juiste oriëntering van het kristal behoeft dit bij de equi-inclinatiemethode slechts om twee assen te worden gedraaid: de ω-as en de μ-as. Bij de equatoriale methode, waarbij alle reflexies in het equatorvlak worden gemeten, behoeft de detector slechts om één as te worden gedraaid ($Y = 2\Theta$), maar het kristal om drie ($\omega = \Theta$, en twee assen van de wieg van Euler), ten einde elk gewenst roostervlak in de reflexiestand te kunnen brengen. De vereiste grote mechanische stabiliteit wordt gemakkelijker bereikt wanneer het kristal om slechts twee assen behoeft te draaien, dan wanneer er drie draaiingsassen nodig zijn.

In tegenstelling tot de equatoriale methode moeten bij de equi-inclinatietechniek twee hoeken zeer nauwkeurig worden ingesteld: de oriëntering van het kristal en de inclinatiehoek. Dit wordt daarom met de hand gedaan, en de enige sequentie die geautomatiseerd moet worden is de meting van een bepaalde etage. Deze taak wordt vereenvoudigd door toepassing van het lineaire geleidingssysteem. Een bijzonder voordeel van de PAILRED is dat men geen door een rekenmachine gegenereerd programma nodig heeft om een automatische meetserie te kunnen starten.

Verscheidene kristalstructuren zijn al met behulp van de PAILRED bepaald. Een nauwkeurige herhaling van het onderzoek van het mineraal topaas leverde de atoomposities met een nauwkeurigheid van 0,05 picometer (0,0005 Å) [10]. In het Philipslaboratorium te Eindhoven is de PAILRED gebruikt voor het bepalen van de kristalstructuren van enkele steroïden. De gemiddelde afwijking tussen de gemeten en de berekende intensiteiten bedroeg ca. 8%. Met fotografische technieken krijgt men gewoonlijk een 2 of 3 maal zo grote afwijking. Een ander geval waarin de met de PAILRED verkrijgbare nauwkeurigheid werd gedemonstreerd was het monokristalproject van de American Crystallographic Association [11]. Hierbij werd een zelfde monokristallijn preparaat van vloeispaat onderzocht op zeven automatische diffractometers van verschillende typen. De gemeten intensiteiten werden met het gemiddelde en onderling vergeleken. De PAILRED behoorde tot de instrumenten waarbij de gemiddelde afwijking minder dan 3% bedroeg.

---

[10] J. Ladell, Redetermination of the crystal structure of topaz: a preliminary account, Norelco Reporter **12**, 34-39, 47, 1965.

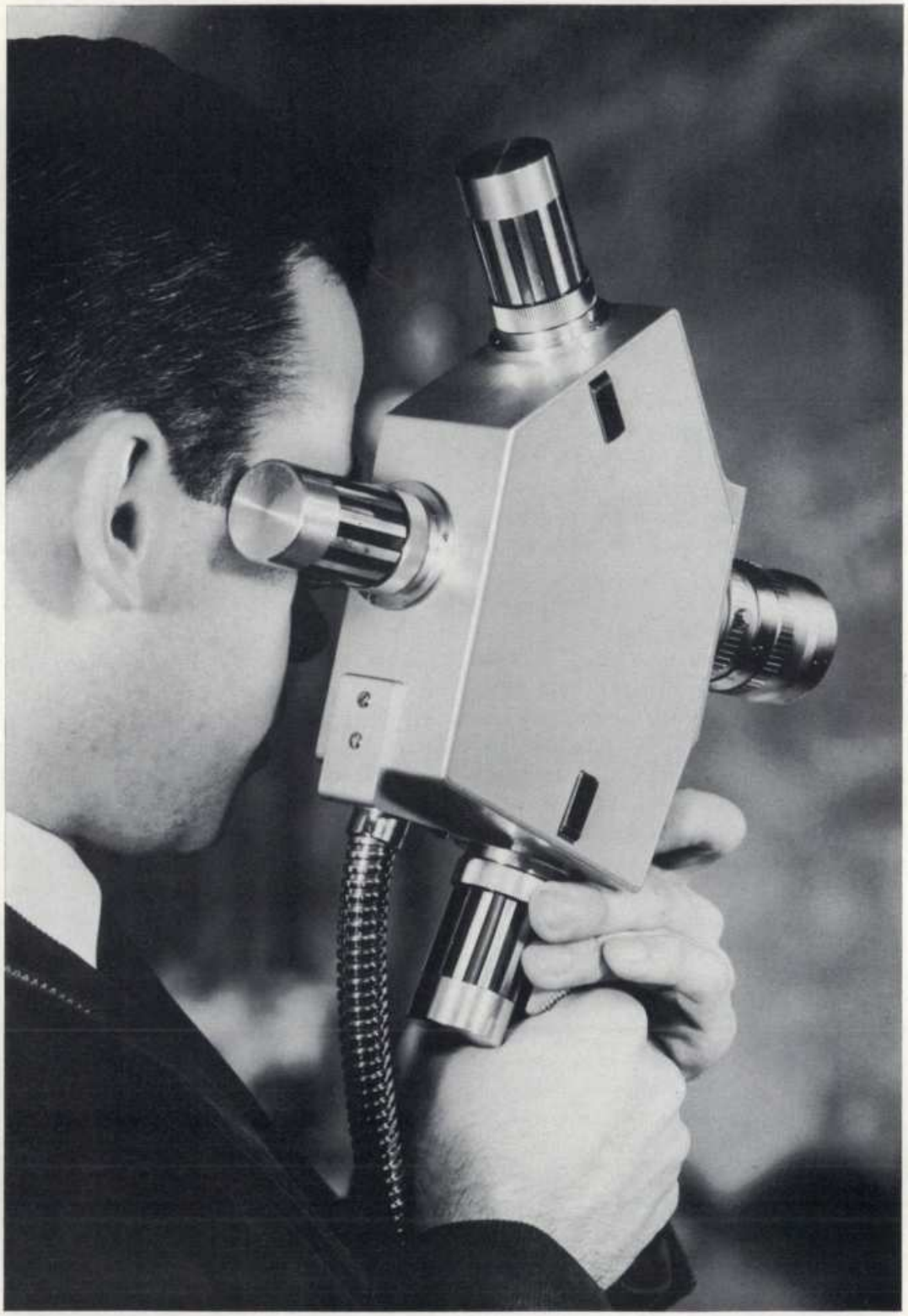
[11] S. C. Abrahams, L. E. Alexander, T. C. Furnas, W. C. Hamilton, J. Ladell, Y. Okaya, R. A. Young en A. Zalkin, American Crystallographic Association single-crystal intensity project report, Acta cryst. **22**, 1-6, 1967 (no. 1).

Samenvatting. Het met PAILRED aangeduide apparaat (Philips Automatic-Indexing Linear Reciprocal-space Exploring Diffractometer) meet en registreert automatisch de intensiteiten van röntgenreflexies die worden gebruikt voor het bepalen van de kristalstructuur. Behalve conventionele onderdelen, b.v. voor het opwekken en meten van de röntgenstraling, bevat de PAILRED een soort rekenmachine met vast programma voor het besturen van de bewegingen van de diffractometer. In de diffractometer is een lineair geleidingsmechanisme toegepast, dat is gebaseerd op de Ewald-constructie in de reciproke ruimte en dat voor iedere reflexie het kristal en de detector in de juiste stand brengt. Hogere etages van de reciproke ruimte worden gemeten volgens de equi-inclinatiemethode. Ter vermindering van de achtergrondstraling wordt een kristalmonochromator toegepast. Alle bewegingen van de diffractometer worden gerealiseerd met stappenmotoren, die zich van nature uitstekend lenen voor digitale besturingstechnieken. Voor het tellen en besturen van het aantal stappen van de motoren worden elektronische tellers gebruikt, en de nauwkeurige impulsfrequenties voor het realiseren van diverse motorsnelheden worden verkregen uit frequentiedelers. Sequentiegeneratoren besturen de verschillende stappen van het automatisch verlopende meetproces en zorgen voor de juiste uitvoering van de bewegingen van de diffractometer tijdens het proces. Door speciale schakelingen kan de diffractometer ook half-automatisch of geheel met de hand worden bestuurd, hetgeen te pas komt voor het oriënteren van het te onderzoeken kristal en voor de bepaling van zijn roosterconstanten. Alle experimentele parameters worden ingesteld door middel van schakelaars op het bedieningspaneel.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Draagbare kleurentelevisiecamera



In Philips' Natuurkundig Laboratorium te Eindhoven is een „Plumbicon" opneembuis ontwikkeld van slechts 16 mm diameter en 13 cm lengte, die ondanks de geringe beeldgrootte uiterst scherpe televisiebeelden kan leveren. Met drie van deze buizen is de afgebeelde zeer compacte kleurentelevisiecamera geconstrueerd (gewicht inclusief zoomlens en elektronische beeldzoeker slechts ca. 5 kg). Deze camera is begin april 1968 aan de televisiewereld voorgesteld.

De buis en de camera zullen binnenkort in dit tijdschrift nader worden behandeld.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Smeren met gassen

Bij het smeren met vloeistoffen kan men twee uiterste gevallen onderscheiden, nl. vollelaagsmering (full film lubrication) en grenslaagsmering. In het eerste geval worden de wrijvingsvlakken volkomen gescheiden door een vloeistof die nog geheel zijn normale fysische eigenschappen heeft. De viscositeit van de vloeistof bepaalt in belangrijke mate de grootte van de wrijving. Bij grenslaagsmering is de tussenlaag ten hoogste enkele atomen dik. In dat geval zijn de chemische eigenschappen van het smeermiddel, dat nauwelijks nog het karakter van een vloeistof heeft, belangrijker dan zijn viscositeit.

De invloed van het smeermiddel bij grenslaagsmering kan men als volgt begrijpen. Wrijving is het gevolg van de bindingskrachten die de atomen in het ene wrijvingsvlak uitoefenen op de atomen in het tegenoverliggende vlak. In het eenvoudigste geval van twee elkaar rakende lichamen die uit hetzelfde metaal bestaan zijn er tussen de twee wrijvingsvlakken dezelfde interatomaire krachten werkzaam als binnen het metaal. Hierbij is niet het gehele oppervlak betrokken — dat zou immers betekenen dat twee elkaar rakende lichamen zich zouden gedragen als één lichaam. Hoe glad de wrijvingsvlakken ook mogen zijn, atomair bezien zijn ze zeer oneffen, en alleen de „toppen" van beide oppervlakken komen in contact. Hier vindt het vormen en weer verbreken van bindingen tussen de wrijvingsvlakken plaats. Van het smeermiddel nu wordt verlangd dat het, na stevig te zijn geadsorbeerd door het ene wrijvingsvlak, slechts zwakke bindingen vormt met het tegenoverliggende wrijvingsvlak. Daarmede wordt de weerstand tegen een onderlinge verschuiving der wrijvingsvlakken verminderd. Een welbekend voorbeeld is de wrijvingsvermindering die men verkrijgt met vetzuren en daarvan afgeleide verbindingen. Vetzuren hebben een polair deel, waarmee ze aan het ene wrijvingsvlak worden gebonden, en een apolair deel, dat zich naar het andere wrijvingsvlak keert.

Minder bekend dan de vloeistofsmering (en vaak niet als smering herkend) is de smering met gassen. Ook hierbij kan men onderscheiden tussen vollelaagsmering en grenslaagsmering. Naar aanleiding van onderzoek aan spiraalgroeflagers is enige jaren geleden in dit tijdschrift een artikel verschenen over de praktisch zeer belangrijk gebleken vollelaagsmering met gassen (gaslagers) [1]. *Grenslaagsmering door gassen* is tot nu toe weinig onderzocht, hoewel het een verschijnsel is waarmee men in feite dagelijks in aanraking komt. We behoeven hier maar te herinneren aan het „koudlassen" van metalen, dat b.v. optreedt als twee stukken metaal in hoogvacuüm tegen elkaar worden gewreven. Door dit wrijven verwijdert men de restanten materiaal die aan het oppervlak zijn geadsorbeerd en brengt men de stukken metaal met een schoon oppervlak tegen elkaar. Dit is voldoende om ze aaneen te hechten. Blijkbaar moeten we het feit dat de meeste voorwerpen onder normale atmosferische condities *niet* direct aan elkaar kleven voor een belangrijk deel toeschrijven aan de adsorptie van atomen of moleculen uit de atmosfeer aan het oppervlak. Hierbij is in het bijzonder de zuurstof werkzaam.

Grenslaagsmering door een gas speelt ook een duidelijke rol bij de smerende werking van grafiet. Reeds lang is bekend dat grafiet in hoogvacuüm zijn smerende eigenschappen verliest. Onderzoekingen van Savage hebben aangetoond dat de afwezigheid van waterdamp hiervan de oorzaak is [2]. In evenwicht met waterdamp wordt er op het grafietoppervlak een laag water geadsorbeerd, waarvan de dikte nog afhangt van de waterdampdruk. Bij afwezigheid van deze waterlaag smeert grafiet niet.

In het Philipslaboratorium te Eindhoven hebben wij ons beziggehouden met de invloed van *organische dampen* op het wrijvingsgedrag van metalen. De adsorptie van organische dampen aan metaaloppervlakken is niet onbekend, maar aan de toepassing van een dergelijke adsorptie voor smering is tot nog toe weinig aandacht besteed.

De smerende werking van organische dampen is onder normale atmosferische condities vrijwel alleen merkbaar bij *edele metalen*. Dit hangt samen met de grote affiniteit van zuurstof voor niet-edele metalen waardoor deze met een oxidehuid bedekt zijn [3]. Voor elektrische contacten gebruikt men nu juist in vele gevallen edele metalen, eveneens wegens de afwezigheid van een oxidehuid, die een ontoelaatbaar hoge overgangsweerstand zou geven. Een speciale categorie vormen de sleepcontacten, waaraan tevens zware mechanische eisen gesteld worden. Voor sleepcontacten wenst men niet alleen een geringe overgangsweer-

[1] E. A. Muijderman, Philips techn. T. **25**, 296, 1963.
[2] R. H. Savage, J. appl. Phys. **19**, 1, 1948.
[3] In enkele gevallen is wèl een effect waargenomen bij niet-edele metalen, zij het alleen bij aanwezigheid van zeer geringe hoeveelheden zuurstof. Deze waarnemingen zijn o.a. bij staal verricht, en onder omstandigheden die sterk afweken van die van onze proefnemingen. Merkwaardig genoeg trad het smeereffect daar juist niet op bij volledige *afwezigheid* van zuurstof. Zie G. V. Vinogradov, V. V. Arkharova en A. A. Petrov, Wear **4**, 274, 1961; R. S. Fein en K. L. Kreuz, ASLE Trans. **8**, 29, 1965; G. W. Rowe, Proc. Conf. lubrication and wear, Londen 1957, paper 5.
[4] Zie b.v. H. W. Hermance en T. F. Egan, Bell Syst. tech. J. **37**, 739, 1958.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

stand maar ook een geringe wrijving en vooral een geringe slijtage. Deze eisen zijn min of meer strijdig met elkaar. Wij hadden de verwachting dat grenslaagsmering met organische dampen hier een goede oplossing zou kunnen bieden. De geadsorbeerde laag zou zo dun moeten zijn dat de elektronen er zich zonder noemenswaardige hinder doorheen kunnen bewegen.

Organische dampen hebben in het algemeen een *nadelige* invloed op contacten (b.v. in telefooncentrales), te weten: grotere slijtage door sterker vonken, en geleidelijke weerstandstoeneming door polymeervorming op de contactvlakken [4]. Bij sleepcontacten blijkt echter het sterkere vonken ruimschoots goedgemaakt te worden door de slijtagevermindering als gevolg van de smerende werking van de damp, en dank zij de sleepbeweging wordt het contactoppervlak vrijgehouden van polymeer.

Om de werking van organische dampen op sleepcontacten te onderzoeken, hebben wij als opstelling gebruikt een schijf die met constante snelheid draait en waartegen met een constante kracht een verende strip gedrukt wordt. Het geheel is ondergebracht in een klok, waarvan de atmosfeer nauwkeurig geregeld kan worden. We meten de door de schijf op de strip uitgeoefende wrijvingskracht. Tevens meten we de elektrische overgangsweerstand tussen schijf en strip, o.m. om te kunnen nagaan welk type smering er optreedt, grenslaagsmering dan wel vollelaagsmering. De weerstand zal bij vollelaagsmering zeer hoog zijn.

In *fig. 1* zijn de resultaten weergegeven van een experiment met een gouden schijf en een met goud bedekte fosforbronzen strip. Door de klok voerden we een continue stikstofstroom, waaraan telkens gedurende 10 minuten benzeendamp werd toegevoegd. De grafiek laat zien dat telkens tijdens de toevoer van benzeendamp de wrijving van ca. 0,6 tot ca. 0,2 vermindert. De overgangsweerstand verandert hierbij niet noemenswaard.

Uit bovenstaand experiment blijkt tevens dat, om de wrijving gering te houden, de benzeendamp continu dient te worden toegevoerd: aangezien de smerende laag heel dun is, moet deze voortdurend aangevuld kunnen worden.

Een zeer eenvoudige oplossing hiervoor is, gebruik te maken van een organische stof in vloeibare of vaste

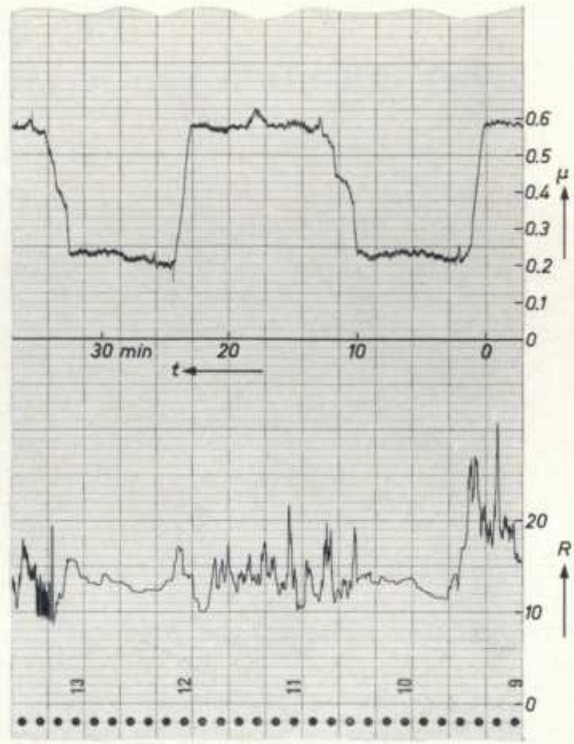


Fig. 1. De wrijvingscoëfficiënt μ van goud op goud en de overgangsweerstand R (in willekeurige eenheden) als functie van de tijd, gemeten in een stikstofstroom waaraan periodiek benzeendamp werd toegevoegd. Ten gevolge van de toevoeging vermindert telkens de wrijvingscoëfficiënt van ca. 0,6 tot ca. 0,2.

vorm die een zeer geringe dampdruk heeft en die dus zijn moleculen langzaam afgeeft — het principe van de mottebal. Anthraceen, dat bij kamertemperatuur vast is en een dampdruk heeft van slechts 4×10^{-4} torr, is hiervoor zeer geschikt. De wrijvingscoëfficiënt van b.v. goud op goud kan hiermee tot minder dan 0,25 verlaagd worden. Door toepassing van een brokje anthraceen bij experimenten met de smering van borstelcollectorcontacten van kleine laagspanningsmotoren bleek dan ook de levensduur zeer gunstig beïnvloed te worden.

T. J. Berben
C. W. Berghout

T. J. Berben en dr. ir. C. W. Berghout, medewerkers van Philips' Natuurkundig Laboratorium, Eindhoven.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Een methode voor het omzetten van te meten grootheden in frequenties

D. Meyer

Met behulp van een nieuwe amplituderegeling is het mogelijk de frequentie of de periodeduur van een harmonische oscillator in principe lineair te laten besturen door één parameter van de schakeling. Met een dergelijke oscillator kan men nu de uitgangsgrootheid van een conventionele passieve meetopnemer omzetten in een signaal waarvan de variërende frequentie de informatie over de te meten grootheid bevat. Een dergelijk signaal is in hoge mate ongevoelig voor de bij transmissie optredende storingen.

De elektrische meting van mechanische grootheden kan met de bekende meetopnemers meestal voldoende nauwkeurig geschieden. Moeilijkheden ontstaan pas wanneer het uitgangssignaal van de meetopnemer naar het aanwijsinstrument moet worden overgebracht langs een transmissieweg die lang en aan sterke storingen onderhevig is — condities waarmee men in de industriële meettechniek vaak te maken heeft. Bij de conventionele meetmethodes worden de te meten grootheden weergegeven door spannings- of stroomamplitudes of door weerstandswaarden. We spreken dan van een „amplitude-analoge" weergave van de te meten grootheid. De genoemde moeilijkheden ontstaan doordat amplitude-analoge signalen gevoelig zijn voor diverse invloeden, als daar zijn: vreemde spanningen (thermospanningen, spanningen die ontstaan door het verlopen van gelijkspanningsversterkers, geïnduceerde spanningen); fluctuaties van versterkingsfactoren en veranderingen in frequentiekarakteristieken, die optreden als gevolg van variaties van temperatuur of voedingsspanning; alsmede variaties van de parameterwaarden van de transmissieleidingen.

Van zulk een gevoeligheid voor transmissiestoringen heeft men geen last bij „frequentie-analoge" signalen: hierbij is de informatie over de te meten grootheid vervat in de variërende frequentie (of periodeduur) van het signaal. De frequentie kan met digitale tellers zeer precies worden gemeten, door tellen van het aantal trillingsperiodes dat in een vast gekozen tijdinterval optreedt. Even nauwkeurig kan men de periodeduur — het reciproke van de frequentie — meten door tellen van de impulsen van een referentiesignaal met vaste frequentie die optreden tijdens een of meer trillingsperiodes. Deze eenvoudige mogelijkheid van digitalisering is ook op zichzelf een voordeel van frequentie-analoge meetmethodes, aangezien men voor een nauwkeurige aanwijzing en voor het gemakkelijk verder verwerken en opslaan van meetgegevens vaak naar een digitale werkwijze streeft. Anderzijds kan men met eenvoudige schakelingen weer een amplitude-analoog signaal krijgen, zodat de frequentie-analoge meetmethode compatibel blijft met de toepassing van conventionele hulptoestellen (registreerapparaten, regeltoestellen enz.).

Voor het verkrijgen van frequentie-analoge meetsignalen kan men uitgaan van conventionele meetopnemers voor amplitude-analoge weergave, mits men hierop een omzetter aansluit waarvan de uitgangsfrequentie (resp. de periodeduur) in een stabiel en ondubbelzinnig verband staat met het uitgangssignaal van de opnemer. Dit heeft het voordeel dat men van een groot aantal beproefde en nauwkeurige meetopnemers gebruik kan maken. Aan de omzetter moeten de volgende eisen worden gesteld:

1) Ongevoeligheid voor variaties van uitwendige parameters (temperatuur, voedingsspanning).
2) Klein volume (ten einde de omzetter zeer dicht bij de meetopnemer te kunnen plaatsen en dus lange leidingen voor het amplitude-analoge signaal, dat de meetopnemer levert, te vermijden).
3) Een lineair verband tussen de te meten grootheid en de uitgangsfrequentie of -periodeduur (ter wille van eenvoudige verdere verwerking).

In hetgeen volgt zal een omzetter worden beschreven die werkt volgens een nieuw principe, dat in het Philipslaboratorium te Hamburg is ontwikkeld [1]. Met dit principe wordt aan de genoemde eisen voldaan, en de verkregen omzetter is geschikt voor vele soorten passieve amplitude-analoge meetopnemers.

Dipl.-Ing. D. Meyer, medewerker van het laboratorium Hamburg van Philips Zentrallaboratorium GmbH.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Omzetting van weerstandsvariaties in variaties van frequentie of periodeduur

Voor het omzetten van amplitude-analoge in frequentie-analoge signalen kan men twee soorten oscillators gebruiken, nl. een oscillator voor harmonische trillingen (sinustrillingen) of een oscillator voor relaxatietrillingen (kanteelvormige of zaagtandtrillingen). Bij passieve meetopnemers is de amplitude-analoge elektrische grootheid die de oscillator moet sturen een weerstand R, een capaciteit C of een zelfinductie L.

Een relaxatie-oscillator bevat altijd een actief element dat sprongsgewijze zijn toestand verandert (omslaat) wanneer zijn ingangsgrootheid beneden een bepaalde drempel zakt of boven deze drempel komt. Daarnaast bevat zo'n oscillator een of meer passieve elementen, die de tussenpozen bepalen waarmee de abrupte toestandsveranderingen van het actieve element (of de actieve elementen) optreden. Zulke oscillators kunnen gemakkelijk, en in principe lineair, worden gestuurd door spanningen of stromen, of ook door de waarden van weerstanden, capaciteiten of zelfinducties. Een groot nadeel echter is dat de frequentie niet alleen wordt beïnvloed door de passieve elementen, maar ook essentieel door de hoogte van de genoemde drempel, die o.a. van de parameters van de actieve elementen afhangt. Wegens hun eenvoud worden relaxatie-oscillators toch vaak voor het omzetten van amplitude-analoge elektrische grootheden in frequentie-analoge signalen gebruikt. Wil men echter hiermee aan hoge eisen voldoen wat betreft de nauwkeurigheid en de ongevoeligheid voor uitwendige parameters, dan vervalt men in zeer ingewikkelde en kostbare schakelingen.

Terwijl bij een relaxatie-oscillator essentieel gebruik gemaakt wordt van de niet-lineariteit van een actief element, werkt een harmonische oscillator in principe uitsluitend met lineaire elementen. Dit soort oscillator heeft de prettige eigenschap dat zijn trillingsfrequentie onafhankelijk is van de amplitude. Heeft men een ideale versterker — die in de praktijk voldoende kan worden benaderd door een zeer sterk tegengekoppelde versterker —, dan is de trillingsfrequentie uitsluitend bepaald door lineaire passieve elementen, zoals R, C of L. Fluctuaties van de voedingsspanning spelen derhalve geen rol, en temperatuurfluctuaties alleen in zover zij de frequentiebepalende passieve elementen beïnvloeden. Als nadeel staat hiertegenover dat bij het sturen van de oscillator door slechts een enkel passief element steeds een *niet-lineair* verband tussen de waarden van dit element en de trillingsfrequentie f_0 resp. de periodeduur T_0 optreedt. Zo komt bij LC-oscillators, en ook bij RC- en RL-oscillators met twee weerstanden en twee reactanties, in de formule voor f_0 of T_0 telkens de *wortel* van het element voor dat de frequentie stuurt; zo b.v. bij de LC-oscillator:

$$T_0 = 2\pi\sqrt{LC}. \quad \ldots\ldots \quad (1)$$

Bij oscillators met meer dan het minimum aan frequentiebepalende elementen krijgt men nog ingewikkelder niet-lineaire functies. Een omzetter met een *lineaire* karakteristiek kan echter worden verkregen op een manier die we nu willen beschrijven.

Een harmonische oscillator bestaat uit een frequentiebepalend netwerk met een (complexe) overbrengingsfunctie F en een versterker met een reële versterkingsfactor A. De versterker en het netwerk zijn gecombineerd tot een systeem met terugkoppeling en vormen dus een gesloten keten, waarin slechts dàn een stabiele oscillatie mogelijk is als de kringversterking gelijk één is:

$$A_k = \vec{F} \cdot \vec{A} = 1. \quad \ldots\ldots \quad (2)$$

Het frequentiebepalende netwerk fungeert hierbij als spanningsdeler, waarvan de overbrengingsverhouding („demping") naar grootte en faze afhangt van de frequentie. Slechts voor een enkele frequentie f_0 is de fazedraaiing van deze spanningsdeler nul. Mits de versterker geen extra-fazedraaiing veroorzaakt, is f_0 de enige mogelijke oscillatiefrequentie, want alleen bij deze frequentie is voldaan aan de fazevoorwaarde van verg. (2). Wil aan verg. (2) ook wat betreft de absolute waarden voldaan zijn, dan moet de versterkingsfactor A van de versterker precies gelijk zijn aan de demping die het netwerk bij de frequentie f_0 geeft.

De beschreven combinatie zal echter in de praktijk niet stabiel oscilleren; de minste verandering van de parameters — variatie van de versterkingsfactor of van de frequentiebepalende elementen — zal reeds van invloed zijn op de kringversterking en dus een geleidelijke toeneming of afneming van de oscillatieamplitude $\hat{u}_0$ ten gevolge hebben. Ter stabilisatie is een regelschakeling nodig, die de versterkingsfactor afhankelijk maakt van de amplitude. Voor dit doel gebruikt men b.v. spanningsafhankelijke weerstanden — gloeilampjes of thermistors — in de tegenkoppelketen van de versterker [2].

Een zeer bekend voorbeeld van een harmonische oscillator is de oscillator met Wien-brug, waarvan het frequentiebepalende netwerk twee weerstanden en

[1] D. Meyer en W. Schott, Duitse octrooiaanvrage van 9.2.1966; D. Meyer, Duitse octrooiaanvrage van 22.11.1966.

[2] Vaak maakt men de versterkingsfactor zo groot dat de oscillatie juist door de steeds aanwezige niet-lineariteit van de versterker wordt begrensd. Bij deze manier van stabiliseren krijgt men echter weer een amplitude-afhankelijkheid van de frequentie (Balth. van der Pol, Proc. IRE **22**, 1051-1086, 1934).

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

twee zelfinducties of capaciteiten bevat (*fig. 1*). Als oscillatiefrequentie f_0 heeft men hier [3]:

$$f_0 = \frac{1}{2\pi}\sqrt{\frac{1}{R_1R_2C_1C_2}}. \quad . \; . \; (3)$$

Zijn de weerstanden R_1 en R_2 gelijk, evenals de capaciteiten C_1 en C_2, dan is de demping van het frequentiebepalende netwerk bij deze frequentie gelijk aan 3, zodat de versterkingsfactor $A = 3$ moet zijn.

Wil men een Wien-brugoscillator gebruiken voor de omzetting van „weerstand" in „periodeduur", dan is b.v. R_1 de weerstand die van de te meten grootheid Q afhangt en die de frequentie moet sturen. Zijn alle overige netwerkelementen (R_2, C_1, C_2) constant, dan krijgt men de reeds vermelde evenredigheid van de periodeduur van de oscillatie met de *wortel* uit de sturende weerstand:

$$T_0 = 2\pi\sqrt{R_1R_2C_1C_2}. \quad . \; . \; . \; . \; (4)$$

Bovendien verandert ook de demping van het netwerk. Wordt R_1 groter, dan neemt de impedantie van de parallelschakeling $R_1//C_1$ toe, zodat de demping van de spanningsdeler kleiner wordt. Deze verandering wordt bij conventionele oscillators tegengewerkt door de amplituderegelschakeling, die een tegengestelde verandering van de versterking teweegbrengt.

De door ons ontwikkelde methode voor het constanthouden van de kringversterking (verg. 2) bestaat nu daarin dat de genoemde verandering van de demping *ongedaan wordt gemaakt*. Als men R_1 en daarmee de impedantie van de parallelschakeling $R_1//C_1$ varieert, kan men de demping van de spanningsdeler constant houden door de impedantie van de serieschakeling R_2C_2 even sterk te doen variëren (*fig. 2*). Is R_2 het varieerbare element van de serietak, dan is de demping (bij de dan optredende oscillatie) altijd precies gelijk aan 3, indien $R_2 = R_1$ wordt gehouden. Heeft men een constante versterkingsfactor $A = 3$ en een regelschakeling die R_2 zo instelt dat de oscillatieamplitude niet met de tijd verandert, dan is derhalve gewaarborgd dat de tweede weerstand (R_2) van het frequentiebepalende netwerk alle veranderingen van de eerste weerstand (R_1) precies volgt. Met $R_2 = R_1$ gaat verg. (4) over in:

$$T_0 = 2\pi R_1\sqrt{C_1C_2}. \quad . \; . \; . \; . \; . \; (5)$$

Men heeft dus nu het gewenste *lineaire* verband tussen de periodeduur en R_1.

De regelschakeling waarmee R_2 wordt gevarieerd bestaat uit een gelijkrichter, die een gelijkspanning evenredig met de amplitude van de oscillatorwisselspanning levert, een versterker, en als regelelement een weerstand die bestuurd kan worden door de uitgangsgrootheid van de regelversterker. Deze bestuurbare weerstand kan b.v. een door een motor aangedreven potentiometer zijn, een door een gloeilampje verlichte fotoweerstand, of een weerstand die verandert onder invloed van een magneetveld.

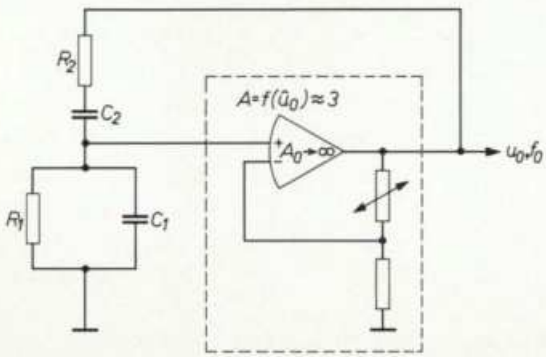


Fig. 1. Wien-brugoscillator, met een frequentiebepalend netwerk van weerstanden en condensatoren. De versterking A die nodig is voor het verkrijgen van een stabiele oscillatie wordt ingesteld door een amplitude-afhankelijke tegenkoppeling van een verschilversterker.

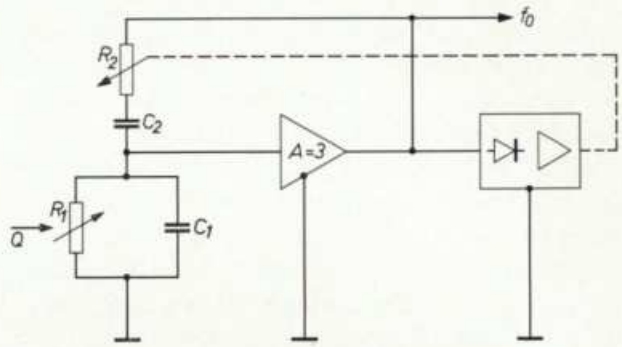


Fig. 2. Wien-brugoscillator voor het weergeven van een te meten grootheid Q door een frequentie f_0 (of een periodeduur T_0), met een amplituderegeling via het frequentiebepalende netwerk.

Dat de uitgangsgrootheid van de regelversterker (b.v. de stroom door de lamp in de genoemde combinatie van gloeilamp en fotoweerstand) en dientengevolge ook de oscillatieamplitude verschillende waarden moeten krijgen, heeft geen invloed op de oscillatiefrequentie, deze frequentie is onafhankelijk van de oscillatieamplitude. Noodzakelijk is alleen dat de amplitude bij gegeven waarde van R_1 niet met de tijd verandert. Aangezien reeds een zeer kleine afwijking van de weerstand R_2 ten opzichte van R_1 een verandering van de oscillatieamplitude veroorzaakt en dus weggeregeld wordt, is gewaarborgd dat R_2 exact gelijk blijft aan R_1 en dat het verband tussen T_0 en R_1 derhalve nauwkeurig aan verg. (5) beantwoordt. (Even-

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

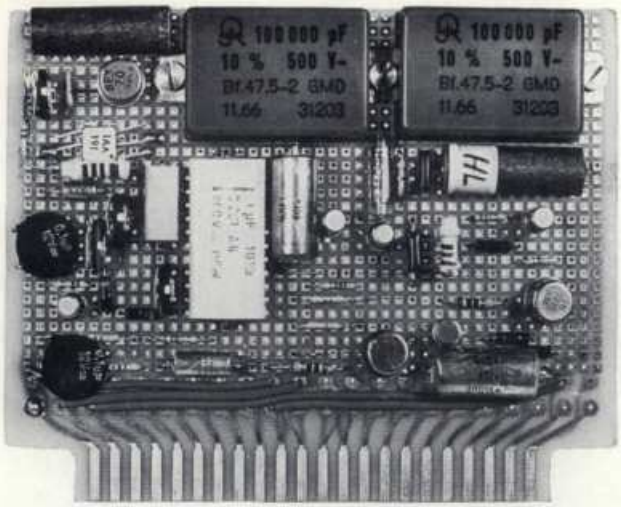


Fig. 3. Experimentele uitvoering van de omzetter van weerstand in periodeduur volgens fig. 2. Het buisje HL bevat de combinatie van gloeilamp en fotoweerstand. Het kleine vierkante onderdeel TAA 191 is de als geïntegreerde schakeling uitgevoerde versterker in de regelkring. Het paneeltje is 120×100 mm groot.

als bij kringen met integrerende regeling is het hier dus niet noodzakelijk dat er een klein verschil tussen R_2 en R_1 blijft bestaan.)

In *fig. 3* is een experimentele uitvoering van de beschreven omzetter afgebeeld. De drietrapsversterker van de oscillator geeft zonder tegenkoppeling een versterking van ca. 10 000×. Bij tegenkoppeling tot $A = 3$ is de versterkingsfactor zeer stabiel en heeft de versterker een hoge ingangsweerstand ($R_i \approx 10$ MΩ) en een grote brandbreedte (ca. 3 MHz). Deze eigenschappen zijn voor de goede werking van belang. Een fout in de versterkingsfactor zou gecompenseerd moeten worden door een verandering van R_2, wat een fout in de oscillatiefrequentie zou veroorzaken. De ingangsweerstand van de versterker moet groot zijn ten opzichte van de weerstand R_1 die de frequentie bepaalt, aangezien hij er direct parallel aan ligt. De grote bandbreedte ten slotte is vereist om te vermijden dat in de versterker fazedraaiingen kunnen optreden, die de frequentie beïnvloeden.

De regelschakeling bestaat uit een gelijkrichter, een tweetrapsversterker, enige *RC*-ketens in de terugkoppelketen ter verbetering van de regelkarakteristiek, alsmede een combinatie van een fotoweerstand en een gloeilampje. De omzetter in de experimentele uitvoering functioneert in een weerstandsgebied van 0,3-10 kΩ; hierbij behoort een variatie van de periodeduur van ca. 0,2-6 ms. Binnen een decade (0,6-6 kΩ) heeft de maximale lineariteitsfout de buitengewoon geringe waarde van ±0,05%, betrokken op de meetwaarde (niet op het meetgebied); zie *fig. 4*. Dat de fout bij *grote* weerstandswaarden groter wordt, is te wijten aan de parallelschakeling van de ingangsweerstand R_i van de versterker, die constant blijft. Deze verklaring wordt gestaafd door de in fig. 4 gestippeld getekende kromme, die toont hoe de gemeten periodeduur afwijkt van die volgens verg. (5) als men daarin in plaats van R_1 de parallelschakeling van R_1 en R_i neemt. Bij *kleine* weerstandswaarden, waaraan een hoge oscillatorfrequentie beantwoordt, krijgt men steeds meer te maken met een fout die te wijten is aan de eindige bandbreedte van de versterker.

In hoofdzaak door het verlopen van de frequentiebepalende condensatoren treedt een temperatuurfout op, die door kromme *a* in *fig. 5* wordt weergegeven. Deze fout kan men heel goed compenseren door in de

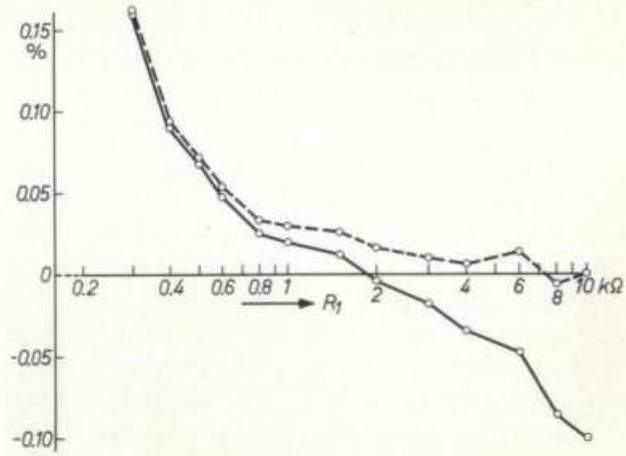


Fig. 4. Lineariteitsfout, betrokken op de meetwaarde, bij de omzetting van weerstand (R_1) in periodeduur (T_0). Uitgezet is de procentuele afwijking ten opzichte van de waarde van T_0, berekend volgens verg. (5). De steeds groter wordende fout bij grote R_1-waarden komt door de parallelschakeling van de constante ingangsweerstand R_i van de versterker. Dit blijkt uit de gestippelde kromme, die verkregen werd door in verg. (5) $R_1 // R_i$ in plaats van R_1 te nemen.

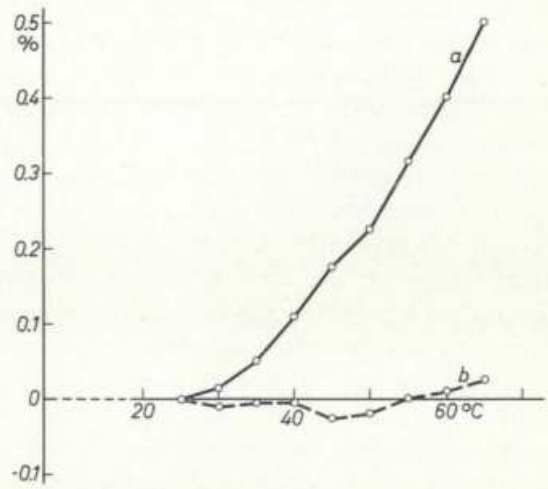


Fig. 5. Temperatuurfout van de omzetter van weerstand in periodeduur, *a*) absoluut gemeten, *b*) gemeten ten opzichte van de frequentie van een referentieoscillator, waarvan de frequentiebepalende condensatoren door montage in één kastje thermisch gekoppeld zijn met die van de omzetter.

[3] Uitvoerige berekeningen vindt men in: S. Seely, Radio Electronics, McGraw-Hill, New York 1956, hoofdstuk 11-13.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

teller voor het meten van de periodeduur een referentie-oscillator te gebruiken waarvan de frequentiebepalende condensatoren van dezelfde soort als in onze omzetter en — door montage in één kastje — thermisch hiermee gekoppeld zijn (kromme *b* in fig. 5; bij deze opstelling is natuurlijk een extra-ader in de kabel van de omzetter naar het aanwijsinstrument nodig). Tevens vervalt daarmee de kwartsoscillator, die men normaal als frequentiestandaard in de teller nodig heeft.

Variaties van de voedingsspanning van $\pm 10\%$ hebben fouten van de omzetter van minder dan 0,01 % ten gevolge.

Deze resultaten tonen aan dat de beschreven omzetter geschikt is voor een nauwkeurige weerstandsbepaling en derhalve gebruikt kan worden in combinatie met alle meetopnemers waarvan de uitgangsgrootheid een variërende weerstand is. Hiertoe behoren de weerstandsthermometer en allerlei soorten opnemers met potentiometers, zoals verplaatsings-, hoek- en drukopnemers. Met de nodige wijzigingen in de frequentiebepalende netwerken kan men volgens hetzelfde principe ook schakelingen maken die een weerstandsverandering in een frequentieverandering omzetten, of een verandering van capaciteit of zelfinductie in een verandering van periodeduur. Zulke schakelingen hebben wij eveneens ontworpen en met succes beproefd, maar we zullen hier niet nader op ingaan.

Voor dynamische metingen is de omzetter slechts beperkt bruikbaar. De regelschakeling waarop de omzetter is gebaseerd stelt een grens aan de snelheid waarmee de te meten grootheid mag variëren. Bij de beschreven experimentele uitvoering ligt de grensfrequentie bij 1 Hz.

Omzetting met vergroting

Bij sommige metingen krijgt men slechts een geringe relatieve weerstandsvariatie van de meetopnemer, hetzij doordat de te meten grootheid zelf in absolute waarde slechts weinig varieert, hetzij doordat de gevoeligheid van de opnemer klein is. In zulke gevallen is een omzetter gewenst die tevens „vergroot", d.w.z. die de kleine relatieve weerstandsvariatie omzet in een zo groot mogelijke relatieve frequentievariatie.

Het principe van een omzetter die dit presteert [4] willen we hier beschrijven aan de hand van een toestel dat speciaal ontwikkeld is voor aansluiting op een rekstrookjesopnemer. Zulk een toestel is voor de praktijk van groot belang, aangezien rekstrookjes niettegenstaande hun geringe gevoeligheid (de relatieve weerstandsvariatie bedraagt maximaal ca. 10^{-3}) in talloze gevallen gebruikt worden voor het meten van een rek en alle grootheden die daaruit afgeleid kunnen worden, zoals kracht, druk, drukverschil (debiet), weglengte, versnelling. Met het oog op het uiterst zwakke uitgangssignaal van deze meetopnemers (het minimum is 1-10 μV) moet ook speciale aandacht worden besteed aan de in het begin genoemde eis dat de omzetter klein genoeg moet zijn om hem in de onmiddellijke nabijheid van de meetopnemer te kunnen plaatsen.

Het omzetten van de zeer kleine relatieve weerstandsvariatie — verstemming van een weerstandsbrug — in een hiermee evenredige grote relatieve frequentievariatie (omzetting $\Delta R/R \rightarrow \Delta f/f$) gebeurt in twee etappes:

1) De verstemming van de weerstandsbrug wordt omgezet in een hiermee evenredige grote variatie van een reciproke weerstand (geleiding).
2) Deze geleiding, waarin de verstemming van de brug „vergroot" is afgebeeld, krijgt de functie van sturend element in een omzetter van weerstand in periodeduur als boven beschreven (d.i. dus een omzetter van geleiding in frequentie), waarvan de uitgangsfrequentie derhalve evenredig is met de verstemming van de brug.

De eerste etappe realiseren we met een elektronische compensatieschakeling. De verstemming van de weerstandsbrug kan worden gecompenseerd door aan de brug via een van de uitgangsklemmen een compensatiestroom i_k toe te voeren. Deze stroom kan met behulp van een constante weerstand R_k worden afgeleid uit een spanning u_k (*fig. 6a*). Daarbij moet de compensatiespanning u_k, om evenredigheid met de weerstandsverstemming te krijgen, worden gemeten ten opzichte van de uitgangsklemmen van de brug. Fig. 6*b* toont een schakeling waarbij u_k gemeten kan worden ten opzichte van aarde (of algemener: ten opzichte van de referentiepotentiaal van de schakeling, waarop zich ook een van de ingangsklemmen van de brug bevindt). De potentiaalverschuiving die dan optreedt wordt gecompenseerd door een tweede weerstand $R_k' = R_k$ tussen de tweede uitgangsklem van de brug en aarde. In bruggen voor rekstrookjes worden vaak alle vier brugweerstanden R_B door de te meten grootheid beïnvloed, en wel zodanig dat twee diametraal tegenover elkaar gelegen weerstanden met ΔR_B worden vergroot en de beide andere met hetzelfde bedrag ΔR_B verkleind. In zo'n geval is voor compensatie van de brug nodig de spanning:

$$u_k = -u_0 \frac{2R_k}{R_B} \frac{\Delta R_B}{R_B}. \qquad \ldots . \quad (6)$$

(Hierbij moet $\Delta R_B{}^2 \ll R_B{}^2$ zijn, hetgeen wegens de geringe maximale variatie van de rekstrookjesweerstand zeker het geval is.)

De variabele compensatiespanning kan uit de voedingsspanning u_0 van de brug worden verkregen met

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

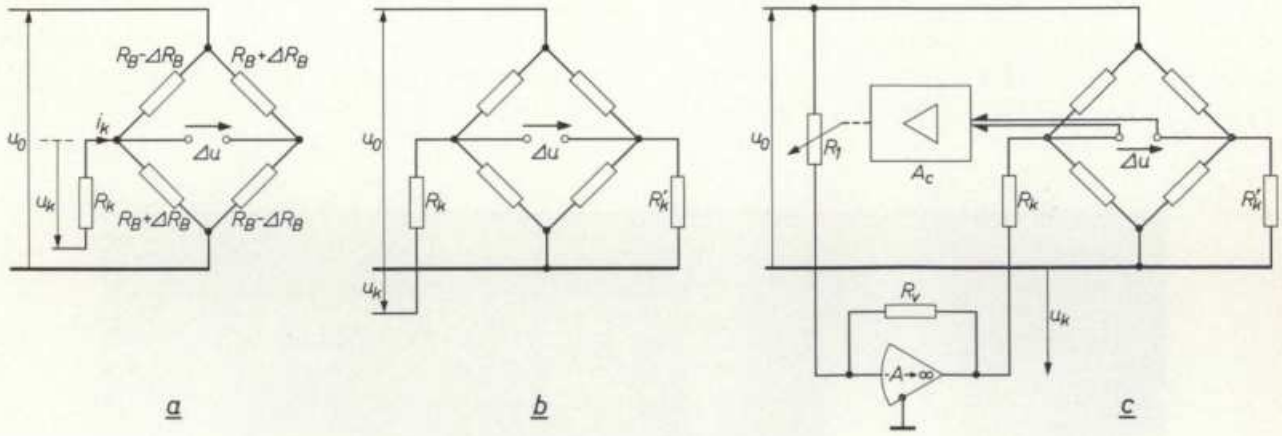


Fig. 6. Door middel van een zelfregelende compensatieschakeling wordt een kleine relatieve weerstandsvariatie van de meetopnemer weergegeven door een zeer veel grotere relatieve variatie van een elektronisch bestuurbare weerstand. *a*) Compensatie van de verstemming van een weerstandsbrug door een compensatiespanning u_k. *b*) Gelijkwaardige schakeling, waarbij echter u_k wordt gemeten ten opzichte van aarde. *c*) Schakeling waarbij de compensatiespanning u_k via een operationele versterker wordt verkregen uit de voedingsspanning u_0 van de brug, zodanig dat de reciproke ingangsweerstand $1/R_1$ van de versterker evenredig is met de verstemming $\Delta R_B/R_B$ van de brug. Een regelversterker A_v geeft aan R_1 automatisch een zodanige waarde dat $\Delta u = 0$ wordt.

behulp van een operationele versterker. De spanningsversterking hiervan wordt uitsluitend bepaald door een vaste tegenkoppelweerstand R_v en een varieerbare ingangsweerstand R_1 (fig. 6*c*):

$$\frac{u_k}{u_0} = -\frac{R_v}{R_1}. \qquad \ldots . \quad (7)$$

Wordt de uitgangsspanning Δu van de weerstandsbrug toegevoerd aan een regelversterker die R_1 zodanig regelt dat Δu nul wordt, d.w.z. dat de brug gecompenseerd is, dan wordt volgens verg. (6) en (7):

$$\frac{1}{R_1} = 2\,\frac{R_k}{R_v R_B}\,\frac{\Delta R_B}{R_B}. \qquad \ldots . \quad (8)$$

Op deze wijze is een lineair verband verkregen tussen de geleiding $1/R_1$ en de verstemming $\Delta R_B/R_B$ van de weerstandsbrug. Door geschikte keuze van de weerstandswaarden R_k en R_v bereikt men nu dat aan een zeer kleine relatieve verstemming van de brug (resp. weerstandsvariatie) een zeer veel grotere relatieve variatie van $1/R_1$ beantwoordt. De bestuurbare weerstand R_1 kan — evenals de bestuurbare weerstand R_2 in de boven beschreven omzetter van weerstand in periodeduur — b.v. een door een motor aangedreven potentiometer zijn, een fotoweerstand verlicht door een gloeilampje, of een weerstand die varieert onder invloed van een magneetveld.

In *fig. 7* ziet men hoe men deze compensatieschakeling kan combineren met de boven beschreven omzetter van weerstand in periodeduur, zodanig dat de geleiding $1/R_1$ van de compensatieschakeling de frequentie van de oscillator bepaalt.

Aangezien op de ingangsklemmen van een operationele versterker wegens zijn grote versterking slechts een uiterst geringe spanning staat, maakt men geen noemenswaardige fout als men zegt dat de weerstand R_1 aan aarde ligt. Deze weerstand kan derhalve met R_1 in fig. 2 worden geïdentificeerd.

Voor het voeden van de weerstandsbrug kan men in plaats van de spanning op R_1 ook de uitgangsspanning

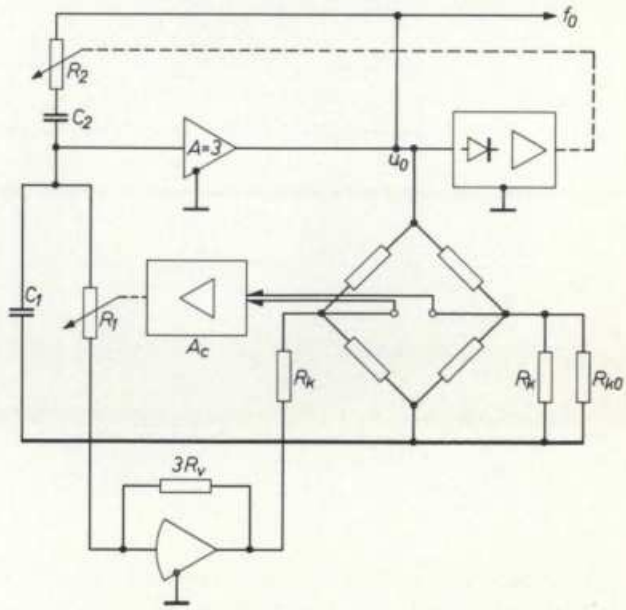


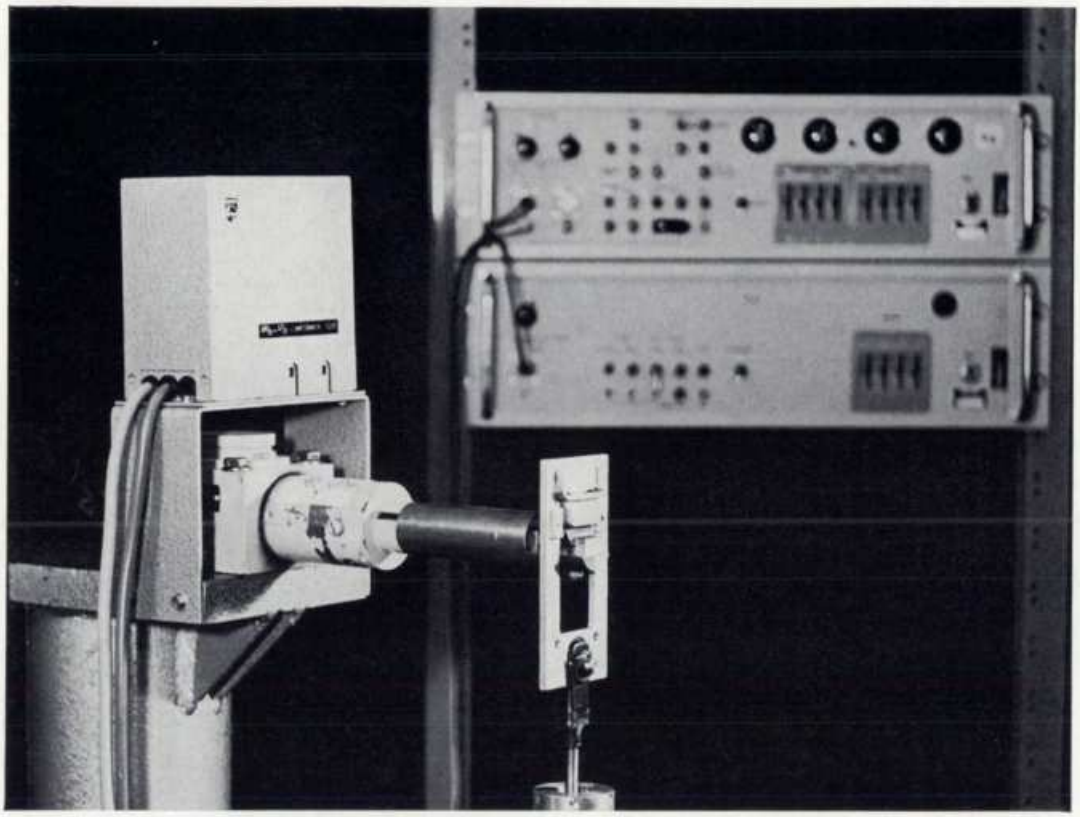
Fig. 7. Voor het omzetten van een kleine relatieve weerstandsvariatie of brugverstemming $\Delta R_B/R_B$ in een daarmee evenredige grote relatieve frequentievariatie $\Delta f_0/f_0$ is de compensatieschakeling van fig. 6*c* gecombineerd met een omzetter van weerstand in periodeduur volgens fig. 2.

[4] D. Meyer, Duitse octrooiaanvrage van 25.4.1967.

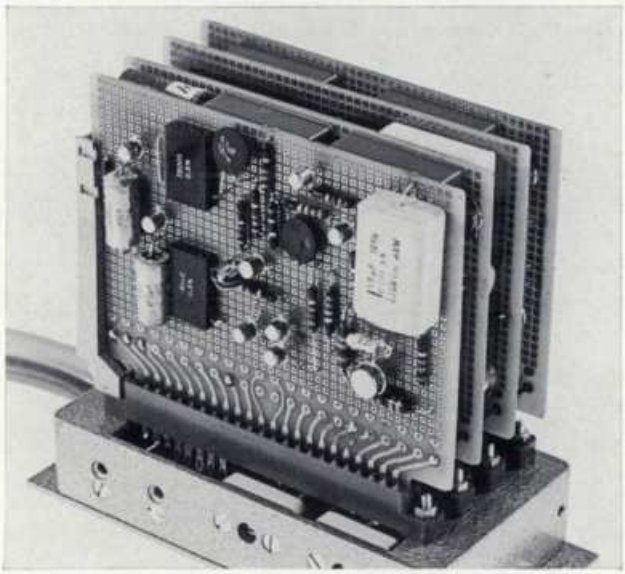
Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

van de oscillator gebruiken, daar deze dank zij de constante versterking $A = 3$ steeds precies $3\times$ zo groot is als de spanning op R_1. Aangezien dan de spanning op de brug verschilt van die op R_1, moet de weerstanden niet oneindig groot kunnen worden, kan de omzetter niet zonder verstemming van de weerstandsbrug en dus niet met frequentie nul werken. We brengen daarom door een weerstand R_{k0}, die



a



b

Fig. 8. *a*) Experimentele uitvoering van een $\Delta R/R \rightarrow \Delta f/f$-omzetter volgens fig. 7, gecombineerd met een rekstrookjes-krachtopnemer PR 9228/05C; de uitgangsfrequentie wordt digitaal gemeten met behulp van een impulsteller en een frequentiedeler (rechts). (Door de onscherpe weergave van deze onderdelen in het beeld is getracht te suggereren dat ze op grote afstand geplaatst kunnen zijn.)
b) De omzetter met afgenomen deksel.

versterking van de operationele versterker door de nodige vergroting van de tegenkoppelweerstand (nu $3R_v$) worden aangepast.

Bij evenwicht van de brug, $\Delta R_B = 0$, moet $R_1 = \infty$ zijn (dus ook $R_2 = \infty$). Aangezien de varieerbare parallel geschakeld is aan een van de brugweerstanden, een verstemming vooraf teweeg, zodat de oscillator bij $\Delta R_B = 0$ met een eindige frequentie oscilleert.

Van de beschreven $\Delta R/R \rightarrow \Delta f/f$-omzetter is een experimentele uitvoering gebouwd (*fig. 8*), die ge-

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

schikt is voor aansluiting van een of meer parallel geschakelde rekstrookjesbruggen. Het uitgangspunt was de in het eerste gedeelte beschreven omzetter van weerstand in periodeduur. De omzetter werd zo gedimensioneerd dat de uitgangsfrequentie varieert tussen 200 en 1200 Hz. De karakteristiek van de omzetter (met f_0 in Hz) wordt dan:

$$f_0 = 10^6 \frac{\Delta R_B}{R_B} + 200, \qquad \ldots \text{(9a)}$$

met $$\frac{\Delta R_B}{R_B} = 0 \ldots 10^{-3}.$$

Wordt de omzetter b.v. aangesloten op een rekstrookjes-krachtopnemer, dan volgt uit verg. (9a):

$$f_0 = 10^3 \frac{G}{G_n} + 200, \qquad \ldots \text{(9b)}$$

waarin G de belasting is en G_n de maximale waarde hiervan (grens van het meetgebied).

Een bovenste frequentiegrens wordt gegeven doordat de brug met wisselspanning van variabele frequentie werkt, terwijl de uitgangsspanning Δu van de brug een zeer klein spanningsverschil is waarop de halve voedingsspanning van de brug als in-faze-component is gesuperponeerd. De gebruikte regelversterker bestaat uit een wisselspanningsverschilversterker met ca. 100 dB versterking, bij een rejectiefactor (verhouding van de versterking van tegenfaze-component tot die van in-faze-component [5]) van ca. 140 dB in het gebruikte frequentiegebied, een gelijkrichter gestuurd door de uitgangsspanning van de oscillator, en een gelijkspanningsversterker met RC-ketens analoog met die in de oscillatorregelkring. Evenals de weerstand R_2 is ook R_1 een fotoweerstand, die gestuurd wordt door een gloeilampje dat door deze regelversterker wordt gevoed.

Bij metingen aan de omzetter met als meetopnemer een rekstrookjes-krachtopnemer (PR 9228/05 C; zie *fig. 9*) werd gevonden dat de lineariteitsfout betrokken op de maximale belastingswaarde nergens meer dan $\pm 0{,}01\,\%$ bedroeg. De temperatuurfout in een temperatuurgebied van 25-65 °C beperkte zich tot een nulpuntsverloop van $-0{,}03\,\%$, weer betrokken op de maximale belastingswaarde, en een variatie van $\pm 0{,}03\,\%$ van de gevoeligheid (*fig. 10*). Een verandering van de voedingsspanningen met $\pm 10\,\%$ bracht een fout van het meetresultaat teweeg van minder dan $\pm 0{,}02\,\%$, betrokken op de maximale belastingswaarde.

De uitgangsfrequentie werd gemeten met een digitale impulsteller. De tijd gedurende welke werd geteld werd met behulp van een frequentiedeler vastgelegd door de frequentie van een in het huis van de omzetter ondergebrachte referentieoscillator (zie boven).

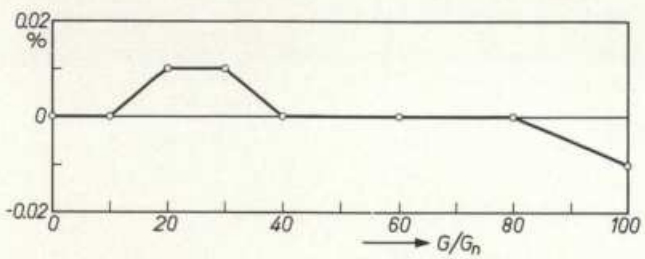


Fig. 9. Lineariteitsfout, betrokken op de maximale belastingswaarde, van een frequentie-analoog meetsysteem bestaande uit de rekstrookjes-krachtopnemer PR 9228/05C en de $\Delta R/R \rightarrow \Delta f/f$-omzetter.

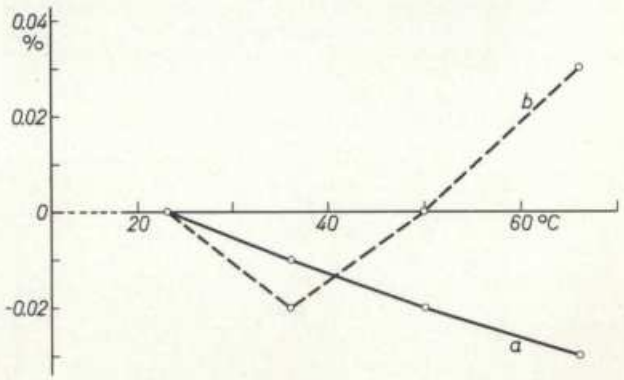


Fig. 10. Temperatuurfout *a*) van het nulpunt, betrokken op de maximale belastingswaarde, en *b*) van de gevoeligheid van het frequentie-analoge meetsysteem.

Behalve met de zeer weinig gevoelige rekstrookjesopnemers, kan men omzetters volgens het beschreven principe ook combineren met alle soorten weerstandsopnemers en ook met capacitieve en inductieve opnemers (differentiaalsmoorspoel, differentiaaltransformator).

Men zou het hier gestelde doel ook op conventionele wijze kunnen bereiken, nl. door oscillatorschakelingen waarbij de weerstandsopnemer rechtstreeks een deel van een frequentiebepalend netwerk is en die zo ontworpen zijn dat door kleine weerstandsveranderingen grote frequentieveranderingen ontstaan. Tegenover dergelijke schakelingen heeft de hier beschreven methode het voordeel dat ze principieel lineair werkt. Tevens is de gevoeligheid voor reactieve impedantiecomponenten, b.v. een capacitieve verstemming van een rekstrookjesbrug door parasitaire capaciteiten, aanzienlijk kleiner, aangezien de brug geen deel uit-

[5] Zie b.v. G. Klein en J. J. Zaalberg van Zelst, verscheidene artikelen over verschilversterkers, Philips techn. T. **22**, 366-373, 1960; **23**, 69-78 en 119-127, 1961; **24**, 279-288, 1962.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

maakt van het frequentiebepalende netwerk en de invloed van de reactieve componenten van de uitgangsspanning van de brug verzwakt kan worden door fazeselectieve gelijkrichting. Dank zij de voeding van de meetbrug met wisselspanning is de omzetting onafhankelijk van spannings- en stroomveranderingen door verlopen van de versterker.

Wat de geschiktheid voor dynamische metingen betreft, geldt dezelfde beperking als voor de omzetter van weerstand in periodeduur, de grensfrequentie is ook hier ongeveer 1 Hz.

Samenvatting. Voor het overbrengen van meetuitkomsten is het gunstig met signalen te werken waarbij de informatie is vervat in de signaalfrequentie: zulke „frequentie-analoge" signalen zijn ongevoelig voor transmissiestoringen en lenen zich goed voor toepassing van digitale verwerkingsmethodes. Voor het weergeven van te meten grootheden door frequentie-analoge signalen heeft men speciale omzetters nodig. Deze kan men realiseren door oscillators waarvan de frequentie nauwkeurig en stabiel bepaald wordt door de uitgangsgrootheid van „amplitude-analoge" passieve meetopnemers. Harmonische oscillators zijn hiervoor het best geschikt. Ter wille van een eenvoudige verdere verwerking wenst men een *lineair* verband tussen de frequentie (of de periodeduur) en slechts één parameter van de schakeling, b.v. een weerstandswaarde. Een in principe lineaire karakteristiek kan men krijgen door bij een *RC*-oscillator met twee *RC*-ketens een nieuw soort amplituderegeling toe te passen, waarbij een verandering van de ene, door de te meten grootheid bestuurde, weerstand gevolgd wordt door een zodanige verandering van de tweede weerstand dat beide *RC*-ketens in precies gelijke mate variëren.

Bij een slechts geringe relatieve weerstandsvariatie kan men een veel grotere relatieve frequentievariatie krijgen door de oscillator te combineren met een zelfregelende elektronische compensator. Beschreven wordt een toestel dat volgens dit principe is ontworpen en dat speciaal bestemd is voor gebruik met een rekstrookjesmeetbrug. Bij experimentele uitvoeringen van zulke omzetters werden de afwijkingen van de lineariteit, het verloop met de temperatuur en de invloed van variaties van de voedingsspanningen nagegaan. De gevonden meetfouten bedroegen 0,01-0,05 %.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Recente wetenschappelijke publikaties

Deze publikaties zijn afkomstig van medewerkers van laboratoria en fabrieken, behorende tot of samenwerkende met ondernemingen van het Philipsconcern, in het bijzonder van medewerkers van de navolgende research-laboratoria:

Philips' Natuurkundig Laboratorium, Eindhoven *E*
Mullard Research Laboratories, Redhill (Surrey), Engeland *M*
Laboratoires d'Electronique et de Physique Appliquée, Limeil-Brévannes (S.O.), Frankrijk *L*
Philips Zentrallaboratorium GmbH, Laboratorium Aken, Weisshausstrasse, 51 Aachen, Duitsland *A*
Philips Zentrallaboratorium GmbH, Laboratorium Hamburg, Vogt-Kölln-Strasse 30, 2 Hamburg-Stellingen, Duitsland *H*
MBLE Laboratoire de Recherche, 2 avenue Van Becelaere, Brussel 17 (Boitsfort), België. *B*

Van de meeste dezer publikaties zullen binnenkort overdrukken beschikbaar zijn. Men kan deze aanvragen bij het betrokken laboratorium (zie de codeletter) of bij de Administratie van Philips' Natuurkundig Laboratorium, Eindhoven.

G. A. Acket & J. de Groot: Measurements of the current/field strength characteristic of *n*-type gallium arsenide using various high-power microwave techniques.
IEEE Trans. **ED-14**, 505-511, 1967 (No. 9). *E*

G. Arlt & P. Quadflieg: Piezoelectricity in III-V compounds with a phenomenological analysis of the piezoelectric effect.
Phys. Stat. sol. **25**, 323-330, 1968 (No. 1). *A*

F. Th. Backers: Einige Betrachtungen über die PAL-Verzögerungsleitung.
Nachrichtentechn. Z. **20**, 473-477, 1967 (No. 8). *E*

J. R. A. Beale & J. A. G. Slatter: The equivalent circuit of a transistor with a lightly doped collector operating in saturation.
Solid-State Electronics **11**, 241-252, 1968 (No. 2). *M*

V. Belevitch: On the theory of non-linear resonance in narrow-band circuits.
Philips Res. Repts. **23**, 87-102, 1968 (No. 1). *B*

V. Belevitch & J. Neirynck: Eddy currents in thin surfaces of revolution at low frequencies.
Philips Res. Repts. **23**, 77-86, 1968 (No. 1). *B*

H. J. Bensieck: Second-order approximations for the determination of the resonance frequencies of partially filled resonators.
Philips Res. Repts. **23**, 103-107, 1968 (No. 1). *H*

G. Bergmann: The electrical conductivity of $LiNbO_3$.
Solid State Comm. **6**, 77-79, 1968 (No. 2). *A*

G. Blasse & A. Bril: Study of energy transfer from Sb^{3+}, Bi^{3+}, Ce^{3+} to Sm^{3+}, Eu^{3+}, Tb^{3+}, Dy^{3+}.
J. chem. Phys. **47**, 1920-1926, 1967 (No. 6). *E*

G. Blasse & A. Bril: Fluorescence of rhodium-activated aluminum oxide.
J. Electrochem. Soc. **114**, 1306-1307, 1967 (No. 12). *E*

R. Bleekrode: Optical determination of Cs ground-state depletion in Cs-Ar low-pressure dc discharges.
J. appl. Phys. **38**, 5062-5065, 1967 (No. 13). *E*

H. van den Boom: Simple method of rotating samples in microwave cavities at low temperatures.
Rev. sci. Instr. **38**, 1529-1530, 1967 (No. 10). *E*

G. A. Bootsma: Gas adsorption on cadmium sulphide.
Surface Sci. **9**, 396-406, 1968 (No. 3). *E*

A. J. Bosman & C. Crevecoeur: Dipole relaxation losses in CoO doped with Li or Na.
J. Phys. Chem. Solids **29**, 109-113, 1968 (No. 1). *E*

K. Bulthuis: Effect of high uniaxial pressure along the main crystallographic axes for silicon and germanium.
Philips Res. Repts. **23**, 25-47, 1968 (No. 1). *E*

K. H. J. Buschow, J. F. Fast, A. M. van Diepen (Natuurkundig Laboratorium der Universiteit van Amsterdam) **& H. W. de Wijn** (idem): Magnetic dilution of rare-earth aluminum cubic Laves phases RAl_2.
Phys. Stat. sol. **24**, 715-720, 1967 (No. 2). *E*

E. H. P. Cordfunke (Reactor Centrum Nederland) **& A. A. van der Giessen:** Particle properties and sintering behaviour of uranium dioxide.
J. nucl. Mat. **24**, 141-149, 1967 (No. 2). *E*

A. van der Drift, Tine E. Horsman & C. Langereis: Investigations on the preferred orientations in vapour-deposited lead-monoxide layers.
Philips Res. Repts. **23**, 48-61, 1968 (No. 1). *E*

P. P. J. van Engelen & J. C. M. Henning: Electronic structure of a Ti^{3+} centre in $SrTiO_3$.
Physics Letters **25A**, 733-735, 1967 (No. 10). *E*

P. J. van Gerwen: Efficient use of pseudo-ternary codes for data transmission.
IEEE Trans. **COM-15**, 658-660, 1967 (No. 4). *E*

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

J. L. Goldstein (Institute for Perception Research, Eindhoven): Auditory spectral filtering and monaural phase perception.
J. Acoust. Soc. Amer. **41**, 458-479, 1967 (No. 2).

G. Klein & H. Hagenbeuk: Accurate triangle-sine converter.
Electronic Engng. **39**, 700-704, 1967 (No. 477). *E*

H. de Lang: In memoriam dr. P. M. van Alphen.
Ned. T. Natuurk. **33**, 268-270, 1967 (No. 9). *E*

W. Lems: Magnetic properties of electrodeposited FeNi films, II.
Philips Res. Repts. **23**, 62-76, 1968 (No. 1). *E*

B. Libault, R. Havot & J. Devillers: Circuits transistorisés pour oscilloscopes à grande vitesse de balayage.
Acta electronica **10**, 411-428, 1966 (No. 4). *L*

F. A. Lootsma: Extrapolation in logarithmic programming.
Philips Res. Repts. **23**, 108-116, 1968 (No. 1). *E*

C. Loty: Les tubes à rayons cathodiques à propagation d'onde à très large bande.
Acta electronica **10**, 351-361, 1966 (No. 4). *L*

C. Loty: Distorsions non linéaires des tubes à rayons cathodiques à propagation d'onde.
Acta electronica **10**, 399-409, 1966 (No. 4). *L*

M. H. van Maaren: Note on the diffusion and solubility of lithium in gallium antimonide.
Phys. Stat. sol. **24**, K 125-128, 1967 (No. 2). *E*

A. G. van Nie: Measuring currents down to 10^{-17} A with a low noise level by means of a dynamic capacitor electrometer.
IEEE Int. Conv. Rec. **15**, Part 8, 59-65, 1967. *E*

J. M. van Nieuwland & M. T. Vlaardingerbroek: Cyclotron waves in InSb.
IEEE Trans. **ED-14**, 596-599, 1967 (No. 9). *E*

A. van Oostrom: Modulation of Bayard-Alpert ionization gauges with grid end-caps.
J. sci. Instr. **44**, 927-930, 1967 (No. 11). *E*

C. van Opdorp: The concentration gradient of Zn near a *p-n* junction in III-V compounds.
J. appl. Phys. **38**, 5411-5412, 1967 (No. 13). *E*

P. Penning & D. Polder: Dynamical theory for simultaneous X-ray diffraction, Part I. Theorems concerning the *n*-beam case;
P. Penning: idem, Part II. Application to the three-beam case.
Philips Res. Repts. **23**, 1-11, 12-24, 1968 (No. 1). *E*

J. Polman: Sensitive 4 mm Lecher wire interferometer for electron concentration measurements in low-density plasmas.
Rev. sci. Instr. **38**, 1631-1633, 1967 (No. 11). *E*

O. Reifenschweiler: Bohrlochuntersuchungen mit Neutronen.
Haus der Technik - Vortragsveröffentlichungen No. 133, 30-42, 1967. *E*

W. Schilz: Experimental evidence of bulk helicon-phonon coupling in PbTe.
Phys. Rev. Letters **20**, 104-105, 1968 (No. 3). *H*

J. Schröder & F. J. Grewe: Preparation of tungsten pentafluoride.
Angew. Chemie: Int. Edit. in English **7**, 132-133, 1968 (No. 2); German Edit. **80**, 118-119, 1968 (No. 3). *A*

G. Simon: Calculations of the elastic moduli and their pressure derivatives for the alkali metals.
J. Phys. Chem. Solids **29**, 63-68, 1968 (No. 1). *A*

L. A. Æ. Sluyterman: The rate-limiting reaction in papain action as derived from the reaction of the enzyme with chloroacetic acid.
Biochim. biophys. Acta **151**, 178-187, 1968 (No. 1). *E*

M. J. Sparnaay: Physisorption on heterogeneous surfaces.
Surface Sci. **9**, 100-118, 1968 (No. 1). *E*

R. A. Speciale (Philips Cyclotron Development Department, Eindhoven): Accelerating systems with ring-resonator configuration.
Nucl. Instr. Meth. **55**, 205-237, 1967 (No. 2).

J. M. Stevels: Centres de couleur induits par irradiation dans les systèmes vitreux.
Verres et Réfr. **21**, 279-288, 1967 (No. 4). *E*

J. S. Sussenbach: Early events in the infection process of adenovirus type 5 in HeLa cells.
Virology **33**, 567-574, 1967 (No. 4). *E*

A. A. Turnbull & G. B. Evans: Photoemission from GaAs-Cs-O.
Brit. J. appl. Phys. (J. Physics D), ser. 2, **1**, 155-160, 1968 (No. 2). *M*

Q. H. F. Vrehen: Interband magneto-optical absorption in gallium arsenide.
J. Phys. Chem. Solids **29**, 129-141, 1968 (No. 1). *E*

H. W. de Wijn (Natuurkundig Laboratorium der Universiteit van Amsterdam), **A. M. van Diepen** (idem) **& K. H. J. Buschow:** Nuclear magnetic resonance and magnetic susceptibility of $SmAl_3$.
Phys. Rev. **161**, 253-257, 1967 (No. 2). *E*

W. J. Witteman: High-output powers and long lifetimes of sealed-off CO_2 lasers.
Appl. Phys. Letters **11**, 337-338, 1967 (No. 11). *E*

G. Zanmarchi: Optical measurements on the antiferromagnetic semiconductor MnTe.
J. Phys. Chem. Solids **28**, 2123-2130, 1967 (No. 11). *E*

Jaargang 29, 1968, no. 6 blz. 169-204 Verschenen 7 juni 1968

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!